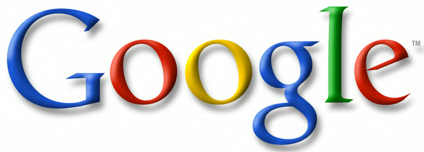








# Anleitung

zur

# chemisch-technischen Analyse

# organischer Stoffe.

Von

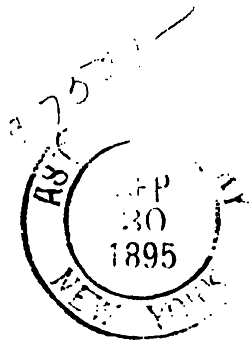
**F. M. Horn,**

Assistent für chemische Technologie,
derzeit an dem k. k. technologischen Gewerbe-Museum in Wien,
früher an der k. k. technischen Hochschule in Wien.

Mit 35 Tabellen und 32 Figuren im Texte.



WIEN.
Verlag von Josef Šafář.
1890.




Druck von Fr. Karafiat in Brünn.

# Vorwort.

Ungeachtet so vieler vortrefflicher allgemeiner, als auch specieller Handbücher der „Chemisch-technischen Analyse“, wie: Böckmann, Bolley, Hager, Post etc., schien mir ein kurzer Leitfaden der „Chemisch-technischen Analyse organischer Stoffe“ nicht nur zum Gebrauche für Studierende der Universitäten, technischen Hochschulen und höheren Bildungsanstalten, sondern auch als nützlicher Behelf für den Praktiker, Hygieniker, Finanzbeamten ein Bedürfnis zu sein, zumal die grösseren Handbücher und insbesondere die Fachzeitschriften nicht jedermann leicht zugänglich sind; ferner soll auch diese Anleitung die Aufgabe des mit dem praktischen Unterrichte betrauten Docenten und Assistenten erleichtern.

Ich wagte daher die Abfassung des vorliegenden Werkchens und übergebe hiermit diesen Versuch der Öffentlichkeit.

Eine Anleitung dieser Art hat den Zweck, die wichtigsten Capitel der „Chemischen Technologie organischer Stoffe“ in gedrängter Kürze überblicken zu lassen, und macht weder auf besonderen wissenschaftlichen Wert, noch auf Originalität Anspruch, wenn auch einzelne Theile vom Verfasser vollständig neu ausgearbeitete Methoden enthalten. Selbst die neuesten wissenschaftlichen Forschungen, die derzeit noch keine allgemeine Verbreitung gefunden haben, für die Technik jedoch zweifellos Wert erlangen werden (z. B. Methoxyl-Bestimmung, Bestimmung

des Holzschliffes etc.), wurden aufgenommen und sind zum Zwecke des Quellenstudiums die diesbezüglichen Angaben mit möglichster Sorgfalt gemacht.

Die Tabellen wurden in den Text gedruckt, was dem Verfasser als praktisch erschien, und die Zeichnungen, wenn auch an Deutlichkeit nichts wünschen lassend, dennoch nur, um das Buch nicht unnütz zu vertheuern, schematisch entworfen; ferner ist zur besseren Orientierung ein alphabetisches Sachregister und eine Tabellen-Übersicht angelegt.

Was die Eintheilung des Stoffes anbelangt, so wurde dieselbe derart vorgenommen, wie sie am zweckmässigsten bei dem Laboratoriums-Unterrichte an technischen Hochschulen einzuhalten ist.

Die Untersuchung der Zuckerarten (Erster Abschnitt) ist vor diejenige der stärkehältigen Materialien (Zweiter Abschnitt) gestellt, da die Operationen und Methoden zur Bestimmung der letzteren auf der Untersuchung der Zuckerarten basieren; der neueren Invertzucker- und Raffinose-Bestimmung wurde Rechnung getragen. — Die Untersuchung des Spodiums wurde in den Ersten Abschnitt einbezogen, da dasselbe bei der Reinigung der Zuckersäfte Anwendung findet.

Der Dritte Abschnitt enthält die Analyse der Producte der Gährung; die Untersuchung der Presshefe, als auch diejenige der weinsäurehältigen Materialien hat daselbst ihren Platz gefunden. — Bei einzelnen Capiteln, wie Zucker-, Alkohol-, Bier-Untersuchung etc., wurden in erster Linie die österreichischen Verhältnisse berücksichtigt, jedoch niemals ausseracht gelassen, dass diese Anleitung der allgemeinen Verwendung zugänglich sein soll.

Die Analyse der Fette im allgemeinen und deren Producte findet man im Vierten Abschnitte besprochen, anhangsweise die Petroleum-Analyse und die Untersuchung der ätherischen Öle, Balsame und Harze behandelt.

In dem Fünften Abschnitte wurden in eingehender Weise die neueren Methoden der Papier-, Leim- und Gerbmaterialien-Analyse bearbeitet.

Das Capitel über die Untersuchung der Fasern, ebenso dasjenige über die organischen Farbstoffe, deren Erkennung und Untersuchung auf der Faser, endlich das Probefärben wurden aus folgenden Gründen hier nicht aufgenommen: Dieser ausgedehnte Theil der chemischen Technologie, der für sich allein schon ein abgeschlossenes Ganze bildet, würde sich nicht ohne Vernachlässigung sehr wichtiger Untersuchungsarten und Details in gedrängter Kürze wiedergeben lassen. Das Buch müsste um mindestens das doppelte seines Umfanges vergrössert werden, da durch einige wenige Proben keine richtige Vorstellung über das weite Gebiet der Bleicherei und Färberei zu erlangen ist.

Möge dieses Buch den angestrebten Zweck dadurch erreichen, indem es dem Analytiker bei seinen Arbeiten nützlich wird.

Wien, im September 1889.

F. M. Horn.

# Inhalts-Verzeichnis.

## Erster Abschnitt.

S. 1—54.

## Zweiter Abschnitt.

S. 55—85.

## Dritter Abschnitt.

S. 86—165.

## Vierter Abschnitt.

S. 166—222.

# Fünfter Abschnitt.

S. 223—239.





# Tabellen-Übersicht.



## Erster Abschnitt.

# A. Reine Rohrzuckerlösung.

Liegt eine reine Lösung des Rohrzuckers in Wasser zur Untersuchung auf den Zuckergehalt vor, so kann dies auf zweierlei Weise geschehen: Entweder durch die Ermittlung der Dichte der Lösung, oder durch die Abdampfprobe; hat man nur eine kleine Menge der zu untersuchenden Zuckerlösung, dann wird die Dichte mittelst des Pyknometers gesucht und durch Eingehen in Tabellen der derselben entsprechende Rohrzuckerprocentgehalt gefunden.



*Fig. 1.*

Zur Dichtenbestimmung nimmt man ein Pyknometer, wie es in *Fig. 1* versinnlicht ist.

Die Zuckerlösung wird in das Pyknometer gebracht, der eingeriebene, mit plan abgeschliffener oberer Fläche und feiner Capillarröhre versehene Stöpsel eingefügt, nun wird das Pyknometer sammt Inhalt in Wasser, das man auf die Normaltemperatur gebracht hat, gestellt und dieses während 10 bis 15 Minuten durch Zugiessen von kaltem oder warmen Wasser in der obenerwähnten Temperatur erhalten. Hierauf wird das Pyknometer herausgenommen, zuerst der auf der matten Oberfläche des Stöpsels *(S)* sitzende Tropfen abgewischt, dann das Pyknometer selbst von der anhaftenden Feuchtigkeit befreit und ausgewogen. Steigt die Temperatur während des Wägens oder wird durch die Berührung mit der Hand die Flüssigkeit etwas erwärmt, dann wird ein Tropfen durch die Capillarröhre emporsteigen, jedoch auf der matten Oberfläche sitzen bleiben und man wird weder Verluste erleiden, ausser den geringen durch Verdampfung, noch Gefahr laufen die Wage zu beschädigen, was der Fall sein kann, wenn man schlecht construierte Pyknometer verwendet.

Nachdem man die Zuckerlösung ausgeleert hat, wird das Pyknometer mit destilliertem Wasser wiederholt ausgespült und vollgefüllt, abermals auf die Normaltemperatur gebracht, hierauf wie mit der Zuckerlösung verfahren. Zieht man von den beiden erhaltenen Gewichten das Gewicht des leeren Pyknometers ab, so erhält man das Gewicht gleicher Volumina Zuckerlösung *(z)* und destillierten Wassers *(w)*. Der Quotient $\frac{z}{w}$ gibt die Dichte *(d)* und zufolge des neuen Mass- und Gewichtsystems auch das specifische Gewicht.

Es wurde eine Reihe von Tabellen, mittelst welcher man aus den Dichten (specifischen Gewichten) den Zuckerprocentgehalt finden kann, von verschiedenen Experimentatoren, bei verschiedenen Temperaturen, entworfen. In Österreich kommt nur der von Prof. Balling angegebenen gesetzliche Giltigkeit zu. (Tabelle Nr. I.)

Ausserdem sei hier noch eine Tabelle angeführt, die von Marek im Auftrage der k. k. Normal-Aichungscommission ausgearbeitet wurde, und zwar für die Normaltemperatur 14° R. = 17·5° C.; sie umfasst die in der Praxis vorkommenden Zuckerprocente von 0% bis 30% (Tabelle Nr. II.). Der Zuckergehalt lässt sich auf diese Weise bis auf 0·1% genau finden.



*Fig. 2.*

Ist die Zuckerlösung in solcher Menge vorhanden, dass man eine mindestens 24 *mm* weite Aræometerhülse füllen kann, so wird man zur Ermittlung des Rohrzuckerprocentgehaltes entweder das Aræometer oder das Saccharometer anwenden. Die Hülse wird mit der Zuckerlösung gefüllt, das Aræometer oder Saccharometer zunächst mit Wasser abgewaschen, mit einem Tuche getrocknet, dann mit einem mit Alkohol benetzten Leinwandlappen abgerieben und getrocknet. Nun erfasst man das Aræometer oder Saccharometer an dem oberen Ende mit dem Zeigefinger und Daumen, senkt das Instrument langsam so weit in die Zuckerlösung ein, bis es darin schwimmt; das sogenannte Tanzenlassen des Instrumentes ist zu vermeiden. Was die Ablesung anbelangt, so soll auf der Scala eines jeden Aræometers oder Saccharometers angegeben sein: 1. die Normaltemperatur und 2. die Art der Ablesung

(von „Oben“ oder „Unten“). Obgleich die Ablesung von „Unten“ die genauere ist, sind die Saccharometer dennoch für die Ablesung von „Oben“ eingerichtet, weil damit sehr oft der Zuckerprocentgehalt, respective die Dichte in Zuckerprocenten ausgedrückt, bei trüben und undurchsichtigen Flüssigkeiten erhoben werden muss. (*Fig. 2.*)

## **Tabelle Nr. I.** (nach Balling)

zur Vergleichung der specifischen Gewichte der Lösungen von Zucker in $H_2O$ mit ihrem Zuckergehalte bei 17·5 ° C. = 14 ° R.

| Zucker in 100 Gewichtstheilen | Specifisch. Gewicht der Lösungen | Zucker in 100 Gewichtstheilen | Specifisch. Gewicht der Lösungen | Zucker in 100 Gewichtstheilen | Specifisch. Gewicht der Lösungen |
|---|---|---|---|---|---|
| 0 | 1·0000 | 26 | 1·1106 | 52 | 1·2441 |
| 1 | 1·0040 | 27 | 1·1153 | 53 | 1·2497 |
| 2 | 1·0080 | 28 | 1·1200 | 54 | 1·2553 |
| 3 | 1·0120 | 29 | 1·1247 | 55 | 1·2610 |
| 4 | 1·0160 | 30 | 1·1295 | 56 | 1·2667 |
| 5 | 1·0200 | 31 | 1·1343 | 57 | 1·2725 |
| 6 | 1·0240 | 32 | 1·1391 | 58 | 1·2783 |
| 7 | 1·0281 | 33 | 1·1440 | 59 | 1·2841 |
| 8 | 1·0322 | 34 | 1·1490 | 60 | 1·2900 |
| 9 | 1·0363 | 35 | 1·1540 | 61 | 1·2959 |
| 10 | 1·0404 | 36 | 1·1590 | 62 | 1·3019 |
| 11 | 1·0446 | 37 | 1·1641 | 63 | 1·3079 |
| 12 | 1·0488 | 38 | 1·1692 | 64 | 1·3139 |
| 13 | 1·0530 | 39 | 1·1743 | 65 | 1·3190 |
| 14 | 1·0572 | 40 | 1·1794 | 66 | 1·3260 |
| 15 | 1·0614 | 41 | 1·1846 | 67 | 1·3321 |
| 16 | 1·0657 | 42 | 1·1898 | 68 | 1·3383 |
| 17 | 1·0700 | 43 | 1·1951 | 69 | 1·3445 |
| 18 | 1·0744 | 44 | 1·2004 | 70 | 1·3507 |
| 19 | 1·0788 | 45 | 1·2057 | 71 | 1·3570 |
| 20 | 1·0832 | 46 | 1·2111 | 72 | 1·3633 |
| 21 | 1·0877 | 47 | 1·2165 | 73 | 1·3696 |
| 22 | 1·0922 | 48 | 1·2219 | 74 | 1·3760 |
| 23 | 1·0967 | 49 | 1·2274 | 75 | 1·3824 |
| 24 | 1·1013 | 50 | 1·2329 | 75·35 | 1·3847 |
| 25 | 1·1059 | 51 | 1·2385 | | |

## Tabelle Nr. II.

Dichte der Zuckerlösung bei 14° R. = 17·5° C.

Normal-Aichungscommission.

| Gewichts-% | Dichte | Gewichts-% | Dichte |
|---|---|---|---|
| 1 | 1·00385 | 16 | 1·06546 |
| 2 | 1·00774 | 17 | 1·06982 |
| 3 | 1·01166 | 18 | 1·07421 |
| 4 | 1·01561 | 19 | 1·07863 |
| 5 | 1·01959 | 20 | 1·08308 |
| 6 | 1.02361 | 21 | 1·08757 |
| 7 | 1·02765 | 22 | 1·09208 |
| 8 | 1·03173 | 23 | 1·09663 |
| 9 | 1·03583 | 24 | 1·10120 |
| 10 | 1·03997 | 25 | 1·10581 |
| 11 | 1·04414 | 26 | 1·11045 |
| 12 | 1·04834 | 27 | 1·11512 |
| 13 | 1·05258 | 28 | 1·11983 |
| 14 | 1·05684 | 29 | 1·12456 |
| 15 | 1·06114 | 30 | 1·12938 |

Die in Österreich gesetzlich zugelassenen Saccharometer sind für die Normaltemperatur 14° R. = 17·5° C. angefertigt und umfassen die Zuckerprocente von 0%—25% mit Untertheilungen von 0·2 Procenten.

Pohl hat Saccharometer mit eingeschmolzenem Thermometer vorgeschlagen, um die Temperatur der Flüssigkeit während der Beobachtung zu erfahren.*)

Fällt die Beobachtungstemperatur nicht mit der normalen des Instrumentes zusammen, so kann man sich zur Correction der von Balling entworfenen Tabelle bedienen. (Tabelle Nr. III.)

Zur Abdampfprobe werden 20—30 *g* der Zuckerlösung in einem Glasschälchen abgewogen und auf dem Wasserbade eingedampft, schliesslich im Luftbade bei 100°, höchstens 105° C. eine halbe Stunde getrocknet und nach dem Abkühlen

*) Über Saccharometer, deren Anfertigung und Prüfung. Wiener Akad. Ber. 1853. Bd. XI., S. 632.

## Tabelle Nr. III.

### „Anweisung zum Gebrauche der Saccharometer."

(Gesetzlich für Österreich.)

Correction der Saccharometeranzeige, wenn die Ablesung bei einer anderen als der Normaltemperatur 14° R. = 17·5° C. geschieht.
(Nach Balling.)

| Beobachtete Temperatur | Correction der Saccharometergr. | Beobachtete Temperatur | Correction der Saccharometergr. |
|---|---|---|---|
| 4 | − 0·4 | 15½ | + 0·1 |
| 5 | − 0·4 | 16 | + 0·1 |
| 6 | − 0·4 | 17 | + 0·1 |
| 6½ | − 0·3 | 17½ | + 0·2 |
| 7 | − 0·3 | 18 | + 0·2 |
| 8 | − 0·3 | 18¼ | + 0·3 |
| 9 | − 0·2 | 19 | + 0·3 |
| 10 | − 0·2 | 20 | + 0·3 |
| 11 | − 0·2 | 20½ | + 0·4 |
| 11½ | − 0·1 | 21 | + 0·4 |
| 12 | − 0·1 | 22 | + 0·4 |
| 13 | − 0·1 | 22½ | + 0·5 |
| 14 | − 0·0 | 23 | + 0·5 |
| 15 | + 0·0 | 24 | + 0·6 |

Das Zeichen + zeigt an, dass die Correction zu den Saccharometergraden, die beobachtet wurde, addiert (über 14° R.), das Zeichen Minus aber, dass sie abgezogen (unter 14° R.) werden müsse.

im Exsiccator gewogen. Eine höhere Temperatur als 105° C. darf beim Trocknen nicht angewendet werden, da sonst eine partielle Caramelisierung eintritt.

Der Unterschied zwischen der Abdampfprobe und der Zuckerbestimmung aus der Dichte beträgt bei guter Arbeit nicht mehr als 0·1 Procent.

Zur Übung kann man auch die Zuckerlösung polarisieren, was zur Erlernung des polarimetrischen Verfahrens sehr angezeigt erscheint, da man sich hierbei controlieren kann.

## B. Untersuchung von Rohrzucker-Raffinaden, Rohrzuckern und Melassen (Syrupe).

Bei der Untersuchung von derlei Producten haben folgende Bestimmungen zu geschehen:

### I. Wasserbestimmung.

Von der Probe werden 10—15 *g* bei 105 ° C. getrocknet; da jedoch Melassen sehr schwer austrocknen, so kann man durch Beimischung gewogener Mengen ausgeglühten Sandes die Entfernung des Wassers beschleunigen. Ferner ist es bei derlei Substanzen angezeigt, einen kleinen Glasstab mitzuwägen, um mit demselben die halbtrockene Masse vertheilen zu können.

### II. Aschenbestimmung und Analyse der Mineralbestandtheile.

Die Trockensubstanz kann man gleich zu dieser Bestimmung benützen, doch ist hierbei zu bemerken, dass alle Zucker beim stärkeren Erhitzen sich stark aufblähen, weshalb, um keine Verluste zu erleiden, vorsichtig vorgegangen werden muss. Am besten ist es, wenn man den Zucker in ganz kleinen Partien in den Tiegel, in dem man die Einäscherung vornimmt, einträgt und einäschert. Erst dann bringe man eine neue Partie in den Tiegel, wenn die Asche der vorigen bereits weiss gebrannt erscheint.

### III. Bestimmung des Rohrzuckers.

Die Bestimmung des Rohrzuckers wird zumeist nur polarimetrisch durchgeführt.

Vor allem muss man sich überzeugen, ob der zu untersuchende Zucker nicht Invertzucker enthält. Diese Untersuchung geschieht mit Anwendung der Fehling'schen Lösung, deren Bereitung später besprochen werden soll.

Ist Invertzucker nicht vorhanden, dann darf durch die geklärte Zuckerlösung die Fehling'sche Lösung nicht merklich reduciert werden.

*a) Der Zucker oder die Melasse reduciert nicht Fehling'sche Lösung und enthält sonst keine anderen optisch activen Substanzen.*

Lösungen von Zucker in Wasser von bestimmter Concentration (unter der oben genannten Bedingung) sind zur Polarisation geeignet; man kann aus der Beobachtung und durch Eingehen in Formeln den Zuckerprocentgehalt der zu untersuchenden Substanzen finden. Das Wesen der Polarisation, die physikalischen Lehrsätze und Apparate, die für diesen Zweck erfunden wurden, sind als bekannt vorausgesetzt, und sollen hier nur die praktische Durchführung der Proben und die Formeln angeführt werden.

Die meisten Rohzucker sind so dunkel gefärbt, dass ihre wässrigen Lösungen sich nicht direct zur Beobachtung in Polarisationsapparaten verwenden lassen; es muss daher eine Entfärbung und Klärung vorgenommen werden. Hierzu wendet man meistens Knochenkohle und Bleiessig mit Alaun an.

Da die klärende Wirkung des Bleiessigs von der richtigen Bereitung desselben abhängig erscheint, so sollen hier zwei Recepte angeführt werden. Je mehr von dem basischen Bleisalze gebildet werden kann, desto vortheilhafter ist es. Ein sehr gutes Präparat erhält man wie folgt:

50 *g* fein geriebene Bleiglätte werden mit 150 *g* Bleizucker gut vermischt, 1050 $cm^3$ Wasser zugesetzt; die Mischung in einem Silbertiegel nur so lange gekocht, bis die röthlichgelbe Farbe der Glätte verschwunden ist. Hat man keinen Silbertiegel zur Verfügung, dann bringe man ein Stück metallisches Silber in das Gefäss, in welchem die Verkochung vorgenommen wird.

Nach Pohl werden 1 Theil Bleizucker, 1 Theil Glätte und 20 Theile Wasser genommen.

Um einen eventuellen Überschuss von Bleiessig aus der Lösung zu entfernen und um das Absetzen des gebildeten Niederschlages zu beschleunigen, wendet man noch Alaunlösung an.

Die trübgefärbte Zuckerlösung wird mit $^1/_{10}$ ihres Volumens mit Klärmitteln versetzt, und zwar mit 6 $cm^3$ Bleiessig und 4 $cm^3$ Alaunlösung, wenn 100 $cm^3$ Zuckerlösung vorliegen, hierauf wird die Zuckerlösung während 10—15 Minuten tüchtig durchgeschüttelt und dann einige Zeit ruhig stehen gelassen, damit sich der Niederschlag breche und zu Boden sinke, endlich wird durch ein trockenes Filter filtriert. — Sollte man mit $^1/_{10}$ Volumen Klärmittel das Auslangen nicht finden,

dann ist die Menge zu vergrössern und eine eventuelle Filtration über Spodium einzuleiten, wobei man die ersten 10 $cm^3$ nicht benützt, sondern erst die später abfliessende klare Zuckerlösung zum Polarisieren verwendet.

Es ist klar, dass man die Verdünnung durch das Klärmittel berücksichtigen und dementsprechend die Drehung vermehren muss, so z. B. wird bei $^1/_{10}$ Volumen Kläre die Drehung um $^1/_{10}$ vergrössert. Auch Blutlaugensalzrückstände eignen sich in manchen Fällen zum Klären von Zuckerlösungen.

Das Auflösen des Zuckers nimmt man am besten in einem cubicierten Glascylinder vor, in welchem man dann den Zusatz des Klärmittels und das Schütteln bequem vornehmen kann.

Alle polarimetrischen Apparate erfordern bei ihrer Verwendung mehrere Beobachtungen, am geeignetsten sind deren zehn. Aus den Beobachtungsresultaten ist das arithmetische Mittel zu nehmen; auch ist immer der sogenannte Nullpunkt des Apparates vorher zu controlieren; fällt derselbe mit der beobachteten Nullpunkteinstellung nicht zusammen, so ist — falls der Unterschied nicht zu gross ausfällt — die Correction nicht durch Schrauben an den Nicols etc. vorzunehmen, sondern das Mittel aus den Nullpunktablesungen bei der später beobachteten Drehung des Zuckers je nach seiner Art in Rechnung zu bringen. Zeigt z. B. beim Mitscherlich'schen Polarisationsapparate der Index des Zeigers bei der Nullpunkteinstellung nicht auf 0°, sondern auf —0·1°, so ist die Rechtsdrehung des Zuckers um 0·1° zu vermehren, bei + 0·1° um 0·1° zu vermindern.

Bei Anwendung des Mitscherlich'schen Polarisationsapparates ergibt sich nach Pohl*) der Procentgehalt ($P$) des Zuckers aus der Drehung ($D$), die eventuell wegen des Nullpunktes, als auch infolge des zugesetzten Klärmittels corrigiert sein muss und dem specifischen Gewichte der Zuckerlösung ($s$) wie folgt:

$$P = \frac{0{\cdot}75 \, . \, D}{r \, . \, s}$$

Hiebei bedeutet $r$ die Corrections-Constante wegen etwaiger fehlerhafter Röhrenlänge und ist eine Verhältniszahl, nämlich $\frac{l}{200}$ ($l$ die Röhrenlänge des benützten Apparates, 200 *mm* soll die Röhrenlänge eines richtig construierten Apparates sein).

*) Wiener Akad. Ber. 1856. Bd. XXI.

Wiegt man 15 *g* des Zuckers ab und bereitet aus demselben eine Lösung von 50 $cm^3$, dann findet man den Rohrzuckerprocentgehalt ($P$):

$$P = \frac{2·5 . D}{r}$$

Steht das Polarimeter von Soleil-Dubosq in Verwendung, dann gilt folgende Formel:

$$Pz = \frac{P}{6 . 116 . s . r},$$

wobei $Pz$ den Rohrzuckerprocentgehalt, $s$ das specifische Gewicht der Zuckerlösung, $r$ die etwaige Corrections-Constante (im Falle als die Röhrenlänge nicht 200 *mm* wäre) und $P$ die abgelesenen scheinbaren Zuckerprocente bedeutet.

Werden 16·35 *g* zu 100 $cm^3$ gelöst, dann drückt die abgelesene Ablenkung direct den Rohrzuckerprocentgehalt aus. Werden für den Soleil-Ventzke-Scheibler'schen Apparat, der ein verbessertes Soleil-Ventzke'sches Polarimeter ist, 26·048 *g* Zucker oder Melasse abgewogen, in 100 $cm^3$ bei 17·5° C. gelöst und wird in einer 200 *mm* Röhre polarisiert, dann drückt die beobachtete Ablenkung die Gewichtsprocente reinen Zuckers in der Substanz aus.

Es muss auch hier der Nullpunkt vorher bestimmt und bei der Berechnung berücksichtigt werden, ebenso die Verdünnung durch das Klärmittel.

Sehr häufig wird neuerer Zeit in der Zuckerindustrie das Wild'sche Polaristrobometer mit Zuckerscala in Anwendung gebracht, da mit demselben sehr genaue Angaben zu erzielen sind; man stellt hiebei auf das Verschwinden schwarze Interferenzstreifen auf hellem Grunde ein.

Bei der Untersuchung von Rohzuckern wiegt man 20 *g* des zu untersuchenden Zuckers ab und stellt unter Zusatz von einigen Tropfen Bleiessig eine Lösung von 100 $cm^3$ dar. Die Ablesung am Theilkreise, durch 2 dividiert, gibt Procente reinen Zuckers.

Bei Zuckern, welche sehr unrein sind, ist es vortheilhafter, bis zum 100 $cm^3$ Striche mit Wasser und dann bis zum 110 $cm^3$ Striche mit Bleiessig aufzufüllen. In diesem Falle wendet man wegen der Vermehrung des Volumens um $^1/_{10}$ die Röhre von 220 *mm* zur Beobachtung an.

Hat man eine Zuckerbestimmung in Melassen oder dunkelgefärbten Syrupen vorzunehmen, dann wiegt man 60 *g* ab und löst dieselben zu 300 $cm^3$. Die durchgeschüttelte Lösung wird hierauf über trockene Knochenkohle filtriert; die erstablaufenden 50 $cm^3$ werden unbenützt gelassen; die später

ablaufende Flüssigkeit giesst man mehreremale nacheinander über die Kohle, bis man eine möglichst farblose Lösung erhält.

Hievon bringt man in ein Kölbchen von 55 *cm*³ Inhalt bis zur Marke von 50 *cm*³, setzt Bleiessig bis zur Marke von 55 *cm*³ zu, schüttelt, filtriert nochmals und beobachtet in der Röhre von 220 *mm*. Die gefundene Zahl, durch 2 dividiert, gibt Procente Zucker in der Melasse etc.

Wenn die Melassen, Syrupe nicht sehr dunkel sind, so genügt eine einfache Entfärbung mittelst Bleiessig. Man nehme alsdann 10 *g* der Melasse zu 100 *cm*³ Wasser, setze 10 *cm*³ Bleiessig zu und beobachte in der Röhre von 220 *mm*. Die erhaltene Ablenkung gibt direct Percente Zucker.

Auch das von Laurent angegebene Saccharimeter (Halbschattenapparat) steht hie und da im Gebrauche; es ist dem Soleil'schen Apparate vorzuziehen, da mit demselben selbst Farbenblinde beobachten können und es den Vortheil besitzt, dass das Auge des Beobachters nicht so angestrengt wird, wie bei dem Soleil'schen Apparate. Bei dem Laurent'schen Apparate erscheint das in zwei Hälften getheilte Gesichtsfeld ungleich hell, bei einer bestimmten Stellung des Analysators aber gleichmässig dunkelorangegelb. Dieser Punkt bezeichnet den Nullpunkt der mit einem Nonins versehenen Scala.

Werden 15 *g* zu 100 *cm*³ gelöst und erfolgt die Bestimmung in einer 200 *mm* Röhre, dann gibt die Theilung direct den Zuckergehalt in Procenten an.

### *b) Der Zucker, die Melasse enthält noch Invertzucker, reducieren demnach merklich Fehling'sche Lösung.*

Sehr viele Rohzucker enthalten mehr oder weniger Invertzucker, der linksdrehend ist, man findet daher mit der einfachen Polarisation nicht mehr das Auslangen, um den Rohrzuckerprocentgehalt zu finden.

Zu diesem Zwecke wird die sogenannte Inversionsmethode eingeschlagen, man verwandelt den Rohrzucker durch Erwärmen mit einer Säure in Invertzucker und polarisiert diese invertierte Lösung; aus der letzteren Beobachtung in Verbindung mit derjenigen der nicht invertierten Zuckerlösung lässt sich sowohl der Rohrzuckerprocentgehalt, als auch der Invertzucker berechnen.

Bei Anwendung des Mitscherlich'schen Apparates wird nach Pohl *) folgendermassen vorgegangen:

*) Wiener Akad. Ber. 1856. Bd. XXI.

Zur Ausführung der Probe löst man 25·096 *g* des gegebenen Zuckers in so viel Wasser, dass 100 $cm^3$ Flüssigkeit entstehen, klärt, wenn die Lösung gefärbt ist, mit 0·1 oder 0·2 Volumen Bleiessig, filtriert eventuell über Spodium und bestimmt am Saccharimeter das Drehungsvermögen der Zuckerlösung ($D$). Letzteres hat jedoch wegen Verdünnung der Flüssigkeit durch den Bleiessig eine Vergrösserung von 0·1 oder 0·2 zu erleiden. Nun erfolgt die Inversion und die zweite Bestimmung des Drehungsvermögens $D'$ nach der Inversion, bei genauer Beobachtung der Temperatur ($t$), da das Drehungsvermögen des Invertzuckers von der Temperatur abhängig ist, und die abermalige Vergrösserung des $D'$ um die eventuelle Verdünnung.

Die Inversion selbst wird in einem Kolben durchgeführt, in welchen man die geklärte, mit $^1/_{10}$ Volumen concentrierter Salzsäure versetzte Zuckerlösung, ferner eine Messerspitze Spodiumpulver bringt. Das Spodium ist vorerst mit verdünnter Salzsäure, dann mit destilliertem Wasser zu waschen und hierauf zu trocknen. Der Zusatz des Spodiums findet deshalb statt, weil bei Inversion die Zuckerlösungen immer nachdunkeln. In den Hals des Kolbens wird ein Kork (*Fig. 3*) oder ein Kautschukstopfen gesteckt, durch welchen ein Thermometer geht, das mit seinem Quecksilbergefässe bis in die Flüssigkeit ragt. Es wird hierauf durch 15 Minuten bei 70° C. (68—72° C.) erhitzt. Da die Inversion des Zuckers von der Zeitdauer wesentlich abhängig erscheint, so muss bemerkt werden, dass die obige Zeitdauer von 15 Minuten erst von dem Momente an gerechnet wird, wo die Flüssigkeit die Temperatur 68° C. erreicht hat; nachher kühlt man rasch auf 15° C. ab, filtriert und polarisiert.

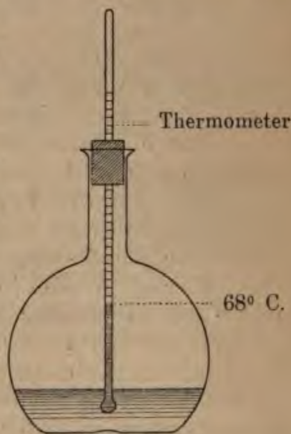


*Fig. 3.*

Den Rohrzuckerprocentgehalt $P$ findet man, wenn die Temperatur bei der Polarisation zwischen 14·5 und 15·5° C. schwankt, hierbei hat $r$ die frühere Bedeutung:

$$P = \frac{2{\cdot}2\,(D - D')}{r}$$

Wendet man den Soleil-Farben- oder Schmidt-Hänsch'schen Halbschattenapparat mit Ventzke'scher Scala an, so wird mit Vortheil die Clerget'sche Inversionsmethode durchgeführt.

26·048 *g* Zucker, Melasse oder Syrup werden abgewogen, daraus 100 $cm^3$ Lösung dargestellt; von dieser Lösung werden 50 $cm^3$ abpipetiert, die Hälfte verwendet man zur directen Polarisation, nöthigenfalls unter vorheriger Behandlung mit Klärmitteln.

Die andern 50 $cm^3$ der Flüssigkeit werden mit 5 $cm^3$ concentrierter Salzsäure versetzt, 15 Minuten lang im Wasserbade auf 68—70° C. erwärmt, sodann auf 100 $cm^3$ verdünnt. Bei dem Polarisieren der invertierten Lösung ist die Temperatur zu bestimmen. Bezeichnet $a$ die Ablenkung der ursprünglichen Lösung, $a'$ diejenige nach der Inversion, beide bezogen auf 200 *mm* Röhrenlänge und 26·048 *g* angewendeter Substanz, so berechnet sich der Rohrzuckerprocentgehalt ($P$) aus der Clerget'schen Formel:

$$P = \frac{100\,(a - a')}{144 - {}^1/_2\,t},$$

in welcher, weil gewöhnlich die Ablenkung $a'$ nach links gerichtet (negativ) ist, die Differenz $a - a'$ in die Summe der beiden Werte übergeht.

Hat man das Wild'sche Polaristrobometer (mit Zuckerscala) in Gebrauch, dann geht man wie folgt vor:

Man bereitet eine Lösung von 20 *g* der zu untersuchenden Substanz in 100 $cm^3$ Wasser und beobachtet dieselbe (nach nöthigenfalls vorgenommener Klärung) in der 200 *mm* Röhre.

Hierauf werden 50 $cm^3$ der Lösung in einem Kölbchen mit 5 $cm^3$ rauchender Salzsäure 10 Minuten lang im Wasserbade auf 68—70° C. erwärmt, sodann wieder auf die Temperatur der Umgebung abgekühlt, wodurch der Rohrzucker in Invertzucker übergeführt wird. Jetzt wird man in der Richtung des Pfeiles drehen müssen, um das Verschwinden der horizontalen Fransen zu bewirken.

Diese invertierte Lösung wird in die 220 *mm* Röhre gebracht; die Beobachtungstemperatur sei $t$.

Aus den beiden Ablesungen am Theilkreise und der beobachtenden Temperatur kann man den wahren Gehalt an reinem Rohrzucker mit Hilfe der Tabelle IV. berechnen.*)

---

*) Anleitung zum Gebrauche des Wild'schen Polaristrobometers. Bern 1868.

## Tabelle Nr. IV.

| Temperatur-Grade C. | Winkelsumme | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
| 10 | 0·719 | 1·438 | 2·157 | 2·876 | 3·595 | 4·314 | 5·033 | 5·752 | 6·471 |
| 11 | 0·722 | 1·444 | 2·166 | 2·888 | 3·614 | 4·332 | 5·054 | 5·776 | 6·502 |
| 12 | 0·725 | 1·449 | 2·175 | 2·898 | 3·624 | 4·350 | 5·073 | 5·796 | 6·522 |
| 13 | 0·727 | 1·454 | 2·181 | 2·908 | 3·635 | 4·362 | 5·089 | 5·816 | 6·543 |
| 14 | 0·730 | 1·460 | 2·190 | 2·920 | 3·650 | 4·380 | 5·110 | 5·840 | 6·570 |
| 15 | 0·733 | 1·465 | 2·199 | 2·930 | 3·664 | 4·398 | 5·129 | 5·860 | 6·594 |
| 16 | 0·735 | 1·470 | 2·205 | 2·940 | 3·675 | 4·410 | 5·145 | 5·880 | 6·615 |
| 17 | 0·738 | 1·475 | 2·214 | 2·950 | 3·689 | 4·428 | 5·164 | 5·900 | 6·639 |
| 18 | 0·740 | 1·480 | 2·220 | 2·960 | 3·700 | 4·440 | 5·180 | 5·920 | 6·660 |
| 19 | 0·743 | 1·486 | 2·229 | 2·972 | 3·715 | 4·458 | 5·201 | 5·944 | 6·687 |
| 20 | 0·746 | 1·492 | 2·238 | 2·984 | 3·730 | 4·476 | 5·222 | 5·968 | 6·714 |
| 21 | 0·749 | 1·498 | 2·247 | 2·996 | 3·745 | 4·494 | 5·243 | 5·992 | 6·741 |
| 22 | 0·752 | 1·504 | 2·256 | 3·008 | 3·760 | 4·512 | 5·261 | 6·016 | 6·768 |
| 23 | 0·755 | 1·509 | 2·265 | 3·018 | 3·774 | 4·530 | 5·283 | 6·036 | 6·792 |
| 24 | 0·757 | 1·514 | 2·271 | 3·028 | 3·785 | 4·542 | 5·299 | 6·056 | 6·813 |
| 25 | 0·760 | 1·520 | 2·280 | 3·040 | 3·800 | 4·560 | 5·320 | 6·080 | 6·840 |

Man nimmt die Summe der Ablesungen am Theilkreise bei der Röhre mit unveränderter und bei der mit invertierter Lösung, alsdann gibt die Tabelle für die an ihrem oberen Rande stehenden Zahlen 1 bis 9 dieser Summen auf der der abgelesenen Temperatur entsprechenden Horizontalreihe die in 1 Liter der Lösung enthaltene Gewichtsmenge Rohrzucker in Grammen, z. B.:

Die Einstellung bei der Röhre 200 *mm* habe 187·8 ergeben, diejenige der invertierten Flüssigkeit in der 220 *mm* Röhre dagegen 49·6 und es sei die Temperatur der letzteren unmittelbar nach der Messung durch Eintauchen des kleinen dem Apparate beigegebenen Thermometers zu 16° C. bestimmt. Die Summe beider ist in unserem Falle 237·4. Aus der Tafel folgt:

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| für 200 | oder | 100 × 2 | . . . | 147·00 |
| „ 30 | „ | 10 × 3 | . . . | 22·05 |
| „ 7 | „ | — | . . . | 5·14 |
| „ 0·4 | „ | $^1/_{10}$ × 4 | . . . | 0·29 |
| | | | | 174·48, |

somit sind 174·48 *g* Zucker in 1 Liter Lösung. Da aber die Lösung von 20 *g* in 100 $cm^3$ dargestellt wurde, so hat man die obige Zahl durch 2 zu dividieren, um Procente Zucker in der untersuchten Substanz zu erhalten; somit 87·24 %.

Es muss bemerkt werden, dass alle Inversionsmethoden nur annähernde Werte geben; den linksdrehenden Zucker, der gewöhnlich in geringen Mengen vorkommt, aus der Drehung zu berechnen, ist nicht zuverlässig, da der Drehungswinkel des Invertzuckers bedeutend kleiner ist, als der des Rohrzuckers.

Auch die Clerget'sche Formel $R = \frac{100\,(D + D')}{144 - 0{\cdot}5\,t}$ ist nach K. Zulkowsky*) grundsätzlich unrichtig, wenn die zu untersuchende Probe grössere Mengen Invertzucker enthält, da man dann die Temperatur sowohl vor als auch nach der Inversion beobachten muss.

Es sei nun $D$ die Drehung der Zuckerlösung vor der Inversion, $t$ deren Temperatur, $D'$ die infolge der Verdünnung berichtigte Linksdrehung der invertierten Lösung, $t'$ die Temperatur, $S$ die Menge Saccharose in 100 $cm^3$ des fraglichen Productes, $s$ die Menge Saccharose in 100 $cm^3$ Lösung, welche einem Saccharimetergrade entspricht, $I$ die Menge Invertzucker in 100 $cm^3$ Lösung des fraglichen Productes, $i$, beziehungsweise $i'$ die Menge Invertzucker in 100 $cm^3$ Lösung, welche einem Saccharimetergrade bei der Temperatur $t$, beziehungsweise $t'$ entspricht, so ist $D = S : s - I : i$. Da aus 1 Theil Saccharose 1·053 Theile Invertzucker entstehen, so ist ferner $D' = (1{\cdot}053 S + I) : i'$. Sucht man aus beiden Gleichungen die beiden Unbekannten $S$ und $I$, so findet man $S = s\,(iD + i'D') : (i + 1{\cdot}053 s)$ und $I = i'D' - 1{\cdot}053 S$. Benützt man den Soleil'schen Apparat und wiegt 16·35 *g* ein, so ist (weil $s = 0{\cdot}1635$) der Procentgehalt $S = (iD + i'D') : (i + 0{\cdot}1721)$ für Saccharose und $I = 100(i'D' - 1{\cdot}053 S) : 16{\cdot}35$ für Invertzucker.

Arbeitet man mit dem Ventzke'schen oder dem Halbschattenapparate und wiegt 26·048 *g* ein, so ist (weil $s = 0{\cdot}26048\,g$) der Procentgehalt: $S = (iD + i'D') : (i + 0{\cdot}2745)$ für Saccharose und $I = 100\,(i'D' - 1{\cdot}053 S) : 26{\cdot}048$ für Invertzucker.

Verwendet man den Wild'schen Apparat, wiegt 25·096 *g* ein und benützt die Gradscala, so ist (weil $s = 0{\cdot}25096$) der Procentgehalt: $S = 3\,(iD + i'D') : (i + 0{\cdot}7927)$ für Saccharose

---

*) Berichte der Österr. chem. Gesellschaft, 1883, und Wagner Jahresbericht, 1883, S. 682.

l $I = 100 (iD' - 1{\cdot}053\,S) : 25{\cdot}096$ für Invertzucker. Die rte von $i$ und $i'$ für verschiedene Temperaturen ergeben den Beobachtungen Tuchschmied's, dass 17·21 *g* Invertker, welcher aus 16·35 *g* Saccharose entstand, zu 100 $cm^3$ ist, eine optische Wirkung von $-(44{\cdot}16 - 0{\cdot}506\,t)^0$ Soleil üben. Zulkowsky hat darnach die Invertzuckermengen benet, welche 1° der verschiedenen Saccharimeter für die nperaturen von 15 bis 22° anzeigen. (Tabelle Nr. V.)

## Tabelle Nr. V.

| Beobachtungs-Temperatur °C. | Gramm Invertzucker, welche in 100 $cm^3$ Lösung enthalten sind, bei der optischen Wirkung von: | | |
|---|---|---|---|
| | 1 Grad Soleil | 1 Grad Ventzke | 1 Grad Wild |
| 15 | 0·4706 | 0·7506 | 2·1676 |
| 16 | 0·4772 | 0·7612 | 2·1983 |
| 17 | 0·4839 | 0·7719 | 2·2292 |
| 17·5 | 0·4875 | 0·7776 | 2·2456 |
| 18 | 0·4910 | 0·7832 | 2·2616 |
| 19 | 0·4981 | 0·7945 | 2·2944 |
| 20 | 0·5056 | 0·8064 | 2·3287 |
| 21 | 0·5133 | 0·8187 | 2·3642 |
| 22 | 0·5210 | 0·8311 | 2·3992 |

Weit besser ist es, den Invertzucker nach der weiter en zu besprechenden Methode zu bestimmen und dessen fluss auf das Drehungsvermögen des Rohrzuckers zu beksichtigen.

Wird die mittlere Zimmertemperatur 17·5° C. als Unterhungstemperatur angenommen, so ergibt eine Lösung, die 21 *g* Invertzucker in 100 $cm^3$ enthält, nach der Tuchmied'schen Formel eine Polarisation von $= -35{\cdot}3^0$ Soleil. ne Polarisation von $+35{\cdot}3^0$ Soleil entspricht 5·772 *g* ccharose, somit neutralisiert 1 Th. Invertzucker die optische irkung von $5{\cdot}772 : 17{\cdot}21 = 0{\cdot}3354$ *g* Saccharose bei der mmertemperatur von 17·5° C. Hätte man beispielsweise Proc. Invertzucker durch irgend eine modificierte Fehling'sche obe gefunden, so wird zu dem gefundenen procentischen ccharosegehalt noch $0{\cdot}3354 \times I$ hinzuaddiert.

## IV. Bestimmung des Invertzuckers.

Nach A. Herzfeld.*)

Diese Methode dient zur Bestimmung kleiner Mengen von Invertzucker in Rohzuckern.

Alle Methoden zur Bestimmung von Invertzucker, Dextrose, Maltose und Milchzucker beruhen darauf, dass diese Zuckerarten die Eigenschaft haben, aus alkalischen Kupferlösungen unter gewissen Bedingungen Kupferoxydul auszuscheiden. Fehling**) war der erste, der diese Eigenschaft zur quantitativen Bestimmung des Zuckers anwendete.

Jedoch, während man früher annahm, dass diese Ausscheidung nach einem festen, stöchiometrischen Verhältnis stattfinde (auf 1 Äqu. Traubenzucker 10 Äqu. Kupferoxyd), ist heute durch die Arbeiten F. Soxhlet's***) bekannt, dass dem nicht so sei, sondern dass jede der Zuckerarten ein anderes Reductionsvermögen für alkalische Kupferlösungen besitzt, ferner dass dieses Reductionsvermögen selbst für ein und dieselbe Zuckerart kein constantes ist. Von der Concentration der auf einander einwirkenden Lösungen, von der in Lösung befindlichen Kupfermenge und von der Dauer der Einwirkung ist diese Reaction abhängig.

Es ist deshalb, falls nach irgend einer Vorschrift gearbeitet werden soll, dieselbe mit grösster Sorgfalt einzuhalten, damit die einzelnen Reductionstabellen benützt werden können.

Die sogenannte Fehling'sche Lösung, die bei der A. Herzfeld'schen Methode zur Bestimmung sehr kleiner Invertzuckermengen im Rohrzucker dient, wird in zwei getrennt bereiteten und aufbewahrten Lösungen dargestellt:

1. Kupfervitriollösung. Von wiederholt umkrystallisiertem Kupfervitriol werden 69·278 *g* in destilliertem Wasser gelöst und zu 1 Liter aufgefüllt.

2. Alkalische Seignettesalzlösung. 173 *g* Seignettesalz werden auf 400 $cm^3$ Wasser gelöst und mit 100 $cm^3$ einer Natronlauge versetzt, die 516 *g* Natriumhydroxyd im Liter enthält. Letztere Lösung ist immer frisch zu bereiten. Zur Analyse werden stets 25 $cm^3$ von jeder der beiden Flüssigkeiten, also 50 $cm^3$ Fehling'scher Lösung angewendet;

*) Zeitschrift d. Ver. f. Rübenzuckerindustrie. 1885. S. 985.

**) Annalen der Chemie u. Pharm. Bd. 72, S. 106.

***) Journ. f. prakt. Chemie. Bd. 21, S. 227.

nach Zusatz der Invertzuckerlösung wird die Flüssigkeit immer genau auf 100 $cm^3$ gebracht.

Bei allen Zuckerarten, die eine Bleiessigfällung geben, geht man am zweckmässigsten in folgender Weise vor:

25 *g* der Zuckerprobe werden mit etwas Bleiessig zu 100 $cm^3$ gelöst, 60 $cm^3$ des Filtrates zur Entfernung des Bleies mit kohlensaurem oder schwefelsaurem Natron versetzt und zu 75 $cm^3$ aufgefüllt. 50 $cm^3$ des Filtrates, enthaltend 10 *g* Substanz (die von Herzfeld vorgeschriebene Menge), dienen zur Bestimmung. Bei Raffinaden und allen Zuckerproben, welche keine Bleiessigfällung geben, kann die filtrierte und wässrige Auflösung von 10 *g* der Substanz unmittelbar zur Analyse verwendet werden.

Die kalt zusammengegossenen Flüssigkeiten werden in einem Erlenmeyer'schen Kochkolben erhitzt, und zwar durch 2 Minuten. Der Zeitpunkt, von welchem die Kochdauer zu rechnen ist, ist derjenige, wo Blasenbildung nicht nur in der Mitte der Flüssigkeit, sondern auch an den Wandungen beginnt.

Um die Zeitdauer des Erhitzens von 2 Minuten möglichst scharf abzugrenzen, wird die Flüssigkeit hierauf sofort mit circa 100 $cm^3$ kaltem luftfreien Wasser versetzt.



*Fig. 4.*

Das ausgeschiedene Kupferoxydul wird auf einem gewogenen Allihn'schen, von R. Lehmann verbesserten Asbestfiltrierröhrchen (*R*) (*Fig. 4*) mit eingesetztem kleinen Trichter (*T*) gesammelt und die Filtration durch Zuhilfenahme einer Saugvorrichtung beschleunigt. Nachdem die Flüssigkeit abgelaufen ist, bringt man den Niederschlag mit einer Federfahne auf das Filter — am zweckmässigsten mit kaltem Wasser, weil bei solcher Behandlung das lästige Anhaften des Kupferoxyduls an den Gefässwänden nicht in dem Masse eintritt, als bei der Anwendung von heissem Wasser — und wäscht erst dann den Niederschlag mit 300—400 $cm^3$ siedend heissem Wasser aus, nachdem derselbe vollständig in das Asbeströhrchen gespült worden ist. Während des ganzen Filtrierens hat man darauf zu achten, dass die Flüssigkeit im Asbeströhrchen niemals ganz abläuft. Ist das Auswaschen

vollendet, so deckt man mit etwa 20 $cm^3$ absoluten Alkohols, hierauf noch mit Äther ab und trocknet das Röhrchen sammt Niederschlag bei 130—200° C. Hierauf erhitzt man denjenigen Theil der Röhre, wo das abfiltrierte Kupferoxydul über dem Asbest liegt, zum schwachen Glühen, um die Oxydation desselben zu Kupferoxyd zu bewirken und dabei vorhandene mitgefällte organische Verbindungen zu verbrennen. Das auf diese Weise vorbereitete Rohr wird sodann mit einem Wasserstoffapparate verbunden und hiedurch reduciert sich das Kupferoxyd durch langsames Erwärmen im Wasserstoffstrome.

Nachdem die Reduction vollendet ist (5—10 Minuten), lässt man im Wasserstoffstrome erkalten (15 Minuten) und wiegt; die Gewichtszunahme des Rohres gibt das metallische Kupfer.

Was die Zubereitung des Filtrierröhrchens anbelangt, ist (nach Wein) Folgendes zu bemerken:

Zuerst befreit man den Asbest durch Schlämmen sowohl von den steinigen, als auch von den feinpulverigen Antheilen; dann wird er successive mit nicht zu concentrierter Natronlauge, heissem Wasser, Salpetersäure und nochmals mit heissem Wasser ausgekocht. Diese Vorbereitung ist unbedingt nöthig, da beim Unterlassen derselben der Asbest während der Analyse durch Berührung mit der alkalischen Flüssigkeit und beim Reinigen durch die Säure an Gewicht verlieren würde. Die Füllung der Röhrchen wird in der Weise vorgenommen, dass man zuerst unten etwas Glaswolle anbringt, und darauf den präparierten Asbest stopft; dieser wird mit Hilfe eines unten abgeplatteten Glasstabes festgedrückt.

Die benützten Filtrierröhrchen sind leicht und rasch wieder für eine neue Bestimmung fertig zu stellen, wenn man sie der Reihe nach mit Salpetersäure, heissem Wasser und Äther auswäscht und trocknet.

Selbstverständlich kann man sich auch der Papierfilter bedienen, doch ist dies weniger genau, weil geringe Mengen Kupfer aus der Lösung hartnäckig vom Papiere zurückgehalten werden.

Tabelle Nr. VI., von Herzfeld von 50 bis 315 *mg* Kupfer — immer um 5 *mg* zunehmend — entworfen, ist von E. Wein*) in der Weise berechnet worden, dass aus dem gefundenen Kupfergehalte direct der Procentgehalt der Zuckerprobe (falls die angewandte Substanzenmenge 10 *g* betrug) an Invertzucker abgelesen werden kann.

---

*) Tabellen zur quantitativen Bestimmung der Zuckerarten.

## Tabelle Nr. VI.

### zur Bestimmung des Invertzuckers im Rübenzucker nach A. Herzfeld.

| *mg* Kupfer | Invert-zucker % | *mg* Kupfer | Invert-zucker % | *mg* Kupfer | Invert-zucker % | *mg* Kupfer | Invert-zucker % | *mg* Kupfer | Invert-zucker % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 50 | 0·050 | 84 | 0·208 | 118 | 0·392 | 152 | 0·574 | 186 | 0·770 |
| 51 | 0·054 | 85 | 0·213 | 119 | 0·397 | 153 | 0·580 | 187 | 0·775 |
| 52 | 0·058 | 86 | 0·219 | 120 | 0·402 | 154 | 0·586 | 188 | 0·781 |
| 53 | 0·062 | 87 | 0·225 | 121 | 0·407 | 155 | 0·592 | 189 | 0·786 |
| 54 | 0·066 | 88 | 0·231 | 122 | 0·412 | 156 | 0·598 | 190 | 0·792 |
| 55 | 0·070 | 89 | 0·236 | 123 | 0·417 | 157 | 0·604 | 191 | 0·797 |
| 56 | 0·074 | 90 | 0·242 | 124 | 0·423 | 158 | 0·609 | 192 | 0·803 |
| 57 | 0·078 | 91 | 0·248 | 125 | 0·428 | 159 | 0·615 | 193 | 0·808 |
| 58 | 0·082 | 92 | 0·254 | 126 | 0·433 | 160 | 0·621 | 194 | 0·814 |
| 59 | 0·086 | 93 | 0·260 | 127 | 0·438 | 161 | 0·627 | 195 | 0·819 |
| 60 | 0·090 | 94 | 0·265 | 128 | 0·443 | 162 | 0·633 | 196 | 0·825 |
| 61 | 0·094 | 95 | 0·271 | 129 | 0·448 | 163 | 0·639 | 197 | 0·830 |
| 62 | 0·098 | 96 | 0·277 | 130 | 0·453 | 164 | 0·645 | 198 | 0·836 |
| 63 | 0·103 | 97 | 0·283 | 131 | 0·458 | 165 | 0·651 | 199 | 0·841 |
| 64 | 0·108 | 98 | 0·288 | 132 | 0·463 | 166 | 0·657 | 200 | 0·847 |
| 65 | 0·113 | 99 | 0·294 | 133 | 0·468 | 167 | 0·663 | 201 | 0·852 |
| 66 | 0·118 | 100 | 0·300 | 134 | 0·473 | 168 | 0·669 | 202 | 0·858 |
| 67 | 0·123 | 101 | 0·305 | 135 | 0·478 | 169 | 0·675 | 203 | 0·863 |
| 68 | 0·128 | 102 | 0·310 | 136 | 0·483 | 170 | 0·680 | 204 | 0·869 |
| 69 | 0·133 | 103 | 0·315 | 137 | 0·488 | 171 | 0·686 | 205 | 0·874 |
| 70 | 0·138 | 104 | 0·320 | 138 | 0·493 | 172 | 0·692 | 206 | 0·880 |
| 71 | 0·143 | 105 | 0·325 | 139 | 0·498 | 173 | 0·698 | 207 | 0·885 |
| 72 | 0·148 | 106 | 0·330 | 140 | 0·503 | 174 | 0·704 | 208 | 0·891 |
| 73 | 0·152 | 107 | 0·335 | 141 | 0·509 | 175 | 0·709 | 209 | 0·896 |
| 74 | 0·157 | 108 | 0·340 | 142 | 0·515 | 176 | 0·715 | 210 | 0·902 |
| 75 | 0·162 | 109 | 0·346 | 143 | 0·521 | 177 | 0·720 | 211 | 0·907 |
| 76 | 0·167 | 110 | 0·351 | 144 | 0·527 | 178 | 0·726 | 212 | 0·913 |
| 77 | 0·172 | 111 | 0·356 | 145 | 0·533 | 179 | 0·731 | 213 | 0·918 |
| 78 | 0·177 | 112 | 0·361 | 146 | 0·538 | 180 | 0·737 | 214 | 0·924 |
| 79 | 0·182 | 113 | 0·366 | 147 | 0·544 | 181 | 0·742 | 215 | 0·929 |
| 80 | 0·187 | 114 | 0·371 | 148 | 0·550 | 182 | 0·748 | 216 | 0·935 |
| 81 | 0·192 | 115 | 0·376 | 149 | 0·556 | 183 | 0·753 | 217 | 0·940 |
| 82 | 0·197 | 116 | 0·381 | 150 | 0·562 | 184 | 0·759 | 218 | 0·946 |
| 83 | 0·202 | 117 | 0·386 | 151 | 0·568 | 185 | 0·764 | 219 | 0·951 |

| *mg* Kupfer | Invert-zucker % | *mg* Kupfer | Invert-zucker % | *mg* Kupfer | Invert-zucker % | *mg* Kupfer | Invert-zucker % | *mg* Kupfer | Invert-zucker % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 220 | 0·957 | 240 | 1·070 | 260 | 1·185 | 280 | 1·299 | 300 | 1·414 |
| 221 | 0·962 | 241 | 1·076 | 261 | 1·190 | 281 | 1·305 | 301 | 1·420 |
| 222 | 0·968 | 242 | 1·081 | 262 | 1·196 | 282 | 1·311 | 302 | 1·425 |
| 223 | 0·973 | 243 | 1·087 | 263 | 1·202 | 283 | 1·317 | 303 | 1·431 |
| 224 | 0·979 | 244 | 1·093 | 264 | 1·207 | 284 | 1·322 | 304 | 1·437 |
| 225 | 0·984 | 245 | 1·099 | 265 | 1·213 | 285 | 1·328 | 305 | 1·443 |
| 226 | 0·990 | 246 | 1·104 | 266 | 1·219 | 286 | 1·334 | 306 | 1·448 |
| 227 | 0·996 | 247 | 1·110 | 267 | 1·225 | 287 | 1·339 | 307 | 1·454 |
| 228 | 1·001 | 248 | 1·116 | 268 | 1·231 | 288 | 1·345 | 308 | 1·460 |
| 229 | 1·007 | 249 | 1·122 | 269 | 1·236 | 289 | 1·351 | 309 | 1·466 |
| 230 | 1·013 | 250 | 1·127 | 270 | 1·242 | 290 | 1·357 | 310 | 1·471 |
| 231 | 1·018 | 251 | 1·133 | 271 | 1·248 | 291 | 1·362 | 311 | 1·477 |
| 232 | 1·024 | 252 | 1·139 | 272 | 1·253 | 292 | 1·368 | 312 | 1·483 |
| 233 | 1·030 | 253 | 1·144 | 273 | 1·259 | 293 | 1·374 | 313 | 1·489 |
| 234 | 1·036 | 254 | 1·150 | 274 | 1·265 | 294 | 1·380 | 314 | 1·494 |
| 235 | 1·041 | 255 | 1·156 | 275 | 1·271 | 295 | 1·385 | 315 | 1·500 |
| 236 | 1·047 | 256 | 1·162 | 276 | 1·276 | 296 | 1·391 | | |
| 237 | 1·053 | 257 | 1·167 | 277 | 1·282 | 297 | 1·397 | | |
| 238 | 1·058 | 258 | 1·173 | 278 | 1·288 | 298 | 1·403 | | |
| 239 | 1·064 | 259 | 1·179 | 279 | 1·294 | 299 | 1·408 | | |

Handelt es sich darum, grössere Mengen von Invertzucker neben Rohrzucker (Gemische von 90%—99% Rohrzucker, 10%—1% Invertzucker) zu bestimmen, dann kann man sich der E. Meissl'schen*) Tabellen und Vorschriften bedienen.

Die nachstehenden Tabellen wurden von E. Wein**) nach den von E. Meissl ermittelten Reductionsfactoren berechnet. (Tabellen Nr. VII., VIII. und IX.) Hierzu benützt man die Fehling'sche Lösung von einer Concentration, wie sie früher angegeben wurde, nach folgender Vorschrift: 25 $cm^3$ Kupfervitriollösung, 25 $cm^3$ Stignettesalz-Natronlauge werden mit dem Zuckergemenge, das nicht mehr als 0·245, resp. 0·200 *g* reducierenden Zuckers enthalten darf, gemischt.

Mit Wasser wird auf 100 $cm^3$ ergänzt. Man unterhält 2 Minuten im Sieden. Zur Ermittelung der auf eine bestimmte Menge Invertzucker treffenden Kupfermenge in Gemischen, die

*) Zeitschrift für Zuckerindustrie in Böhmen. 8, S. 130.
**) Tabelle zur quantitativen Bestimmung der Zuckerarten.

zwischen den 3 Tabellen (Nr. VII., VIII. und IX.) liegen, dient die von E. Wein berechnete Tabelle, deren Zwischenglieder leicht durch Interpolation zu finden sind. (Tabelle Nr. X.)

## Tabelle Nr. VII.

für Gemische von 90% Rohrzucker und 10% Invertzucker.

| *mg* Kupfer | *mg* Invertzucker | *mg* Kupfer | *mg* Invertzucker | *mg* Kupfer | *mg* Invertzucker | *mg* Kupfer | *mg* Invertzucker | *mg* Kupfer | *mg* Invertzucker |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 98 | 50·0 | 128 | 65·6 | 158 | 81·4 | 188 | 97·5 | 218 | 113·9 |
| 99 | 50·5 | 129 | 66·1 | 159 | 82·0 | 189 | 98·0 | 219 | 114·5 |
| 100 | 51·0 | 130 | 66·7 | 160 | 82·5 | 190 | 98·5 | 220 | 115·0 |
| 101 | 51·6 | 131 | 67·2 | 161 | 83·0 | 191 | 99·0 | 221 | 115·6 |
| 102 | 52·1 | 132 | 67·7 | 162 | 83·6 | 192 | 99·6 | 222 | 116·1 |
| 103 | 52·6 | 133 | 68·2 | 163 | 84·1 | 193 | 100·2 | 223 | 116·7 |
| 104 | 53·1 | 134 | 68·7 | 164 | 84·6 | 194 | 100·7 | 224 | 117·2 |
| 105 | 53·6 | 135 | 69·3 | 165 | 85·2 | 195 | 101·3 | 225 | 117·8 |
| 106 | 54·2 | 136 | 69·8 | 166 | 85·7 | 196 | 101·8 | 226 | 118·3 |
| 107 | 54·7 | 137 | 70·3 | 167 | 86·2 | 197 | 102·4 | 227 | 118·9 |
| 108 | 55·2 | 138 | 70·8 | 168 | 86·8 | 198 | 102·9 | 228 | 119·4 |
| 109 | 55·7 | 139 | 71·3 | 169 | 87·3 | 199 | 103·5 | 229 | 120·0 |
| 110 | 56·2 | 140 | 71·9 | 170 | 87·8 | 200 | 104·0 | 230 | 120·5 |
| 111 | 56·8 | 141 | 72·4 | 171 | 88·4 | 201 | 104·6 | 231 | 121·1 |
| 112 | 57·3 | 142 | 72·9 | 172 | 88·9 | 202 | 105·1 | 232 | 121·6 |
| 113 | 57·8 | 143 | 73·4 | 173 | 89·5 | 203 | 105·7 | 233 | 122·2 |
| 114 | 58·3 | 144 | 74·0 | 174 | 90·0 | 204 | 106·2 | 234 | 122·7 |
| 115 | 58·8 | 145 | 74·5 | 175 | 90·5 | 205 | 106·8 | 235 | 123·3 |
| 116 | 59·4 | 146 | 75·0 | 176 | 91·1 | 206 | 107·3 | 236 | 123·8 |
| 117 | 59·9 | 147 | 75·5 | 177 | 91·6 | 207 | 107·9 | 237 | 124·4 |
| 118 | 60·4 | 148 | 76·1 | 178 | 92·1 | 208 | 108·4 | 238 | 124·9 |
| 119 | 60·9 | 149 | 76·6 | 179 | 92·7 | 209 | 109·0 | 239 | 125·4 |
| 120 | 61·5 | 150 | 77·1 | 180 | 93·2 | 210 | 109·5 | 240 | 126·0 |
| 121 | 62·0 | 151 | 77·7 | 181 | 93·7 | 211 | 110·1 | 241 | 126·5 |
| 122 | 62·5 | 152 | 78·2 | 182 | 94·3 | 212 | 110·6 | 242 | 127·1 |
| 123 | 63·0 | 153 | 78·8 | 183 | 94·8 | 213 | 111·2 | 243 | 127·6 |
| 124 | 63·5 | 154 | 79·3 | 184 | 95·3 | 214 | 111·7 | 244 | 128·2 |
| 125 | 64·1 | 155 | 79·8 | 185 | 95·9 | 215 | 112·3 | 245 | 128·7 |
| 126 | 64·6 | 156 | 80·4 | 186 | 96·4 | 216 | 112·8 | 246 | 129·3 |
| 127 | 65·1 | 157 | 80·9 | 187 | 96·9 | 217 | 113·4 | 247 | 129·8 |

| *mg* Kupfer | *mg* Invertzucker | *mg* Kupfer | *mg* Invertzucker | *mg* Kupfer | *mg* Invertzucker | *mg* Kupfer | *mg* Invertzucker | *mg* Kupfer | *mg* Invertzucker |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 248 | 130·3 | 286 | 151·1 | 324 | 172·8 | 362 | 194·8 | 400 | 218·9 |
| 249 | 130·9 | 287 | 151·7 | 325 | 173·4 | 363 | 195·3 | 401 | 219·6 |
| 250 | 131·4 | 288 | 152·3 | 326 | 174·0 | 364 | 195·9 | 402 | 220·2 |
| 251 | 132·0 | 289 | 152·9 | 327 | 174·5 | 365 | 196·6 | 403 | 220·9 |
| 252 | 132·5 | 290 | 153·4 | 328 | 175·2 | 366 | 197·1 | 404 | 221·5 |
| 253 | 133·1 | 291 | 154·0 | 329 | 175·7 | 367 | 197·6 | 405 | 222·2 |
| 254 | 133·6 | 292 | 154·6 | 330 | 176·3 | 368 | 198·2 | 406 | 222·9 |
| 255 | 134·2 | 293 | 155·1 | 331 | 176·9 | 369 | 198·8 | 407 | 223·5 |
| 256 | 134·7 | 294 | 155·7 | 332 | 177·5 | 370 | 199·4 | 408 | 224·2 |
| 257 | 135·3 | 295 | 156·3 | 333 | 178·0 | 371 | 200·0 | 409 | 224·9 |
| 258 | 135·8 | 296 | 156·8 | 334 | 178·6 | 372 | 200·6 | 410 | 225·6 |
| 259 | 136·3 | 297 | 157·4 | 335 | 179·2 | 373 | 201·2 | 411 | 226·3 |
| 260 | 136·9 | 298 | 158·0 | 336 | 179·8 | 374 | 201·9 | 412 | 227·1 |
| 261 | 137·4 | 299 | 158·6 | 337 | 180·3 | 375 | 202·5 | 413 | 227·8 |
| 262 | 138·0 | 300 | 159·1 | 338 | 180·9 | 376 | 203·2 | 414 | 228·6 |
| 263 | 138·5 | 301 | 159·7 | 339 | 181·5 | 377 | 203·8 | 415 | 229·3 |
| 264 | 139·1 | 302 | 160·3 | 340 | 182·1 | 378 | 204·5 | 416 | 230·1 |
| 265 | 139·6 | 303 | 160·8 | 341 | 182·7 | 379 | 205·1 | 417 | 230·8 |
| 266 | 140·2 | 304 | 161·4 | 342 | 183·2 | 380 | 205·8 | 418 | 231·5 |
| 267 | 140·7 | 305 | 162·0 | 343 | 183·8 | 381 | 206·4 | 419 | 232·3 |
| 268 | 141·2 | 306 | 162·6 | 344 | 184·4 | 382 | 207·1 | 420 | 233·0 |
| 269 | 141·8 | 307 | 163·1 | 345 | 185·0 | 383 | 207·7 | 421 | 233·8 |
| 270 | 142·3 | 308 | 163·7 | 346 | 185·5 | 384 | 208·4 | 422 | 234·5 |
| 271 | 142·9 | 309 | 164·3 | 347 | 186·1 | 385 | 209·0 | 423 | 235·3 |
| 272 | 143·4 | 310 | 164·8 | 348 | 186·7 | 386 | 209·7 | 424 | 236·0 |
| 273 | 144·0 | 311 | 165·4 | 349 | 187·3 | 387 | 210·3 | 425 | 236·7 |
| 274 | 144·5 | 312 | 166·0 | 350 | 187·8 | 388 | 211·0 | 426 | 237·5 |
| 275 | 145·1 | 313 | 166·5 | 351 | 188·4 | 389 | 211·6 | 427 | 238·2 |
| 276 | 145·7 | 314 | 167·1 | 352 | 189·0 | 390 | 212·3 | 428 | 239·0 |
| 277 | 146·2 | 315 | 167·7 | 353 | 189·6 | 391 | 213·0 | 429 | 239·7 |
| 278 | 146·7 | 316 | 168·3 | 354 | 190·2 | 392 | 213·6 | 430 | 240·5 |
| 279 | 147·3 | 317 | 168·8 | 355 | 190·7 | 393 | 214·3 | 431 | 241·2 |
| 280 | 147·8 | 318 | 169·4 | 356 | 191·3 | 394 | 214·9 | 432 | 242·0 |
| 281 | 148·4 | 319 | 170·0 | 357 | 191·9 | 395 | 215·6 | 433 | 242·7 |
| 282 | 148·9 | 320 | 170·5 | 358 | 192·5 | 396 | 216·3 | 434 | 243·4 |
| 283 | 149·5 | 321 | 171·1 | 359 | 193·0 | 397 | 216·9 | 435 | 244·2 |
| 284 | 150·0 | 322 | 171·7 | 360 | 193·6 | 398 | 217·6 | 436 | 244·9 |
| 285 | 150·6 | 323 | 172·3 | 361 | 194·2 | 399 | 218·2 | | |

## Tabelle Nr. VIII.

für Gemische von 95% Rohrzucker und 5% Invertzucker.

| *mg* Kupfer | *mg* Invert-zucker | *mg* Kupfer | *mg* Invert-zucker | *mg* Kupfer | *mg* Invert-zucker | *mg* Kupfer | *mg* Invert-zucker | *mg* Kupfer | *mg* Invert-zucker |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 100 | 48·4 | 134 | 65·3 | 168 | 82·2 | 202 | 99·3 | 236 | 117·9 |
| 101 | 48·9 | 135 | 65·8 | 169 | 82·7 | 203 | 99·8 | 237 | 118·4 |
| 102 | 49·4 | 136 | 66·3 | 170 | 83·2 | 204 | 100·4 | 238 | 119·0 |
| 103 | 49·9 | 137 | 66·8 | 171 | 83·8 | 205 | 100·9 | 239 | 119·5 |
| 104 | 50·4 | 138 | 67·3 | 172 | 84·3 | 206 | 101·5 | 240 | 120·1 |
| 105 | 50·9 | 139 | 67·8 | 173 | 84·8 | 207 | 102·0 | 241 | 120·6 |
| 106 | 51·4 | 140 | 68·3 | 174 | 85·3 | 208 | 102·6 | 242 | 121·2 |
| 107 | 51·9 | 141 | 68·7 | 175 | 85·8 | 209 | 103·1 | 243 | 121·7 |
| 108 | 52·4 | 142 | 69·2 | 176 | 86·3 | 210 | 103·7 | 244 | 122·3 |
| 109 | 52·9 | 143 | 69·7 | 177 | 86·8 | 211 | 104·2 | 245 | 122·8 |
| 110 | 53·4 | 144 | 70·2 | 178 | 87·3 | 212 | 104·8 | 246 | 123·4 |
| 111 | 53·9 | 145 | 70·7 | 179 | 87·8 | 213 | 105·3 | 247 | 123·9 |
| 112 | 54·4 | 146 | 71·2 | 180 | 88·3 | 214 | 105·9 | 248 | 124·5 |
| 113 | 54·9 | 147 | 71·7 | 181 | 88·8 | 215 | 106·4 | 249 | 125·0 |
| 114 | 55·4 | 148 | 72·2 | 182 | 89·3 | 216 | 106·9 | 250 | 125·6 |
| 115 | 55·9 | 149 | 72·7 | 183 | 89·8 | 217 | 107·5 | 251 | 126·1 |
| 116 | 56·3 | 150 | 73·2 | 184 | 90·3 | 218 | 108·0 | 252 | 126·7 |
| 117 | 56·8 | 151 | 73·7 | 185 | 90·8 | 219 | 108·6 | 253 | 127·3 |
| 118 | 57·3 | 152 | 74·2 | 186 | 91·3 | 220 | 109·1 | 254 | 127·8 |
| 119 | 57·8 | 153 | 74·7 | 187 | 91·8 | 221 | 109·7 | 255 | 128·4 |
| 120 | 58·3 | 154 | 75·2 | 188 | 92·3 | 222 | 110·2 | 256 | 128·9 |
| 121 | 58·8 | 155 | 75·7 | 189 | 92·8 | 223 | 110·8 | 257 | 129·5 |
| 122 | 59·3 | 156 | 76·2 | 190 | 93·3 | 224 | 111·3 | 258 | 130·1 |
| 123 | 59·8 | 157 | 76·7 | 191 | 93·8 | 225 | 111·9 | 259 | 130·6 |
| 124 | 60·3 | 158 | 77·2 | 192 | 94·3 | 226 | 112·4 | 260 | 131·2 |
| 125 | 60·8 | 159 | 77·7 | 193 | 94·8 | 227 | 113·0 | 261 | 131·8 |
| 126 | 61·3 | 160 | 78·2 | 194 | 95·3 | 228 | 113·5 | 262 | 132·3 |
| 127 | 61·8 | 161 | 78·7 | 195 | 95·8 | 229 | 114·1 | 263 | 132·9 |
| 128 | 62·3 | 162 | 79·2 | 196 | 96·3 | 230 | 114·6 | 264 | 133·4 |
| 129 | 62·8 | 163 | 79·7 | 197 | 96·8 | 231 | 115·2 | 265 | 134·0 |
| 130 | 63·3 | 164 | 80·2 | 198 | 97·3 | 232 | 115·7 | 266 | 134·6 |
| 131 | 63·8 | 165 | 80·7 | 199 | 97·8 | 233 | 116·2 | 267 | 135·1 |
| 132 | 64·3 | 166 | 81·2 | 200 | 98·3 | 234 | 116·8 | 268 | 135·7 |
| 133 | 64·8 | 167 | 81·7 | 201 | 98·8 | 235 | 117·3 | 269 | 136·3 |

| *mg* Kupfer | *mg* Invertzucker | *mg* Kupfer | *mg* Invertzucker | *mg* Kupfer | *mg* Invertzucker | *mg* Kupfer | *mg* Invertzucker | *mg* Kupfer | *mg* Invertzucker |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 270 | 136·8 | 305 | 156·7 | 340 | 176·8 | 375 | 197·5 | 410 | 218·8 |
| 271 | 137·4 | 306 | 157·2 | 341 | 177·4 | 376 | 198·0 | 411 | 219·4 |
| 272 | 137·9 | 307 | 157·8 | 342 | 178·0 | 377 | 198·6 | 412 | 220·0 |
| 273 | 138·5 | 308 | 158·4 | 343 | 178·5 | 378 | 199·2 | 413 | 220·6 |
| 274 | 139·1 | 309 | 158·9 | 344 | 179·1 | 379 | 199·8 | 414 | 221·3 |
| 275 | 139·6 | 310 | 159·5 | 345 | 179·7 | 380 | 200·4 | 415 | 221·9 |
| 276 | 140·2 | 311 | 160·1 | 346 | 180·3 | 381 | 201·0 | 416 | 222·5 |
| 277 | 140·8 | 312 | 160·7 | 347 | 180·9 | 382 | 201·7 | 417 | 223·1 |
| 278 | 141·3 | 313 | 161·2 | 348 | 181·5 | 383 | 202·3 | 418 | 223·7 |
| 279 | 141·9 | 314 | 161·8 | 349 | 182·1 | 384 | 202·9 | 419 | 224·3 |
| 280 | 142·4 | 315 | 162·4 | 350 | 182·7 | 385 | 203·5 | 420 | 224·9 |
| 281 | 143·0 | 316 | 163·0 | 351 | 183·3 | 386 | 204·1 | 421 | 225·9 |
| 282 | 143·6 | 317 | 163·5 | 352 | 183·9 | 387 | 204·7 | 422 | 226·9 |
| 283 | 144·1 | 318 | 164·1 | 353 | 184·5 | 388 | 205·3 | 423 | 228·0 |
| 284 | 144·7 | 319 | 164·7 | 354 | 185·0 | 389 | 205·9 | 424 | 229·0 |
| 285 | 145·3 | 320 | 165·3 | 355 | 185·6 | 390 | 206·5 | 425 | 230·0 |
| 286 | 145·8 | 321 | 165·8 | 356 | 186·2 | 391 | 207·2 | 426 | 231·0 |
| 287 | 146·4 | 322 | 166·4 | 357 | 186·8 | 392 | 207·8 | 427 | 232·0 |
| 288 | 147·0 | 323 | 167·0 | 358 | 187·4 | 393 | 208·4 | 428 | 233·0 |
| 289 | 147·5 | 324 | 167·5 | 359 | 188·0 | 394 | 209·0 | 429 | 234·0 |
| 290 | 148·1 | 325 | 168·1 | 360 | 188·6 | 395 | 209·6 | 430 | 235·1 |
| 291 | 148·6 | 326 | 168·7 | 361 | 189·2 | 396 | 210·2 | 431 | 236·1 |
| 292 | 149·2 | 327 | 169·3 | 362 | 189·8 | 397 | 210·8 | 432 | 237·1 |
| 293 | 149·8 | 328 | 169·8 | 363 | 190·4 | 398 | 211·5 | 433 | 238·1 |
| 294 | 150·3 | 329 | 170·4 | 364 | 191·0 | 399 | 212·1 | 434 | 239·1 |
| 295 | 150·9 | 330 | 171·0 | 365 | 191·6 | 400 | 212·7 | 435 | 240·2 |
| 296 | 151·5 | 331 | 171·6 | 366 | 192·1 | 401 | 213·3 | 436 | 241·2 |
| 297 | 152·1 | 332 | 172·1 | 367 | 192·7 | 402 | 213·9 | 437 | 242·2 |
| 298 | 152·6 | 333 | 172·7 | 368 | 193·3 | 403 | 214·6 | 438 | 243·2 |
| 299 | 153·2 | 334 | 173·3 | 369 | 193·9 | 404 | 215·1 | 439 | 244·2 |
| 300 | 153·8 | 335 | 173·9 | 370 | 194·5 | 405 | 215·7 | 440 | 245·2 |
| 301 | 154·4 | 336 | 174·4 | 371 | 195·1 | 406 | 216·4 | | |
| 302 | 154·9 | 337 | 175·0 | 372 | 195·7 | 407 | 217·0 | | |
| 303 | 155·5 | 338 | 175·6 | 373 | 196·3 | 408 | 217·6 | | |
| 304 | 156·1 | 339 | 176·2 | 374 | 196·9 | 409 | 218·2 | | |

## Tabelle Nr. IX.

für Gemische von 99% Rohrzucker und 1% Invertzucker.

| *mg* Kupfer | *mg* Invert-zucker | *mg* Kupfer | *mg* Invert-zucker | *mg* Kupfer | *mg* Invert-zucker | *mg* Kupfer | *mg* Invert-zucker | *mg* Kupfer | *mg* Invert-zucker |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 130 | 49·2 | 164 | 66·1 | 198 | 83·3 | 232 | 101·1 | 266 | 118·9 |
| 131 | 49·7 | 165 | 66·6 | 199 | 83·9 | 233 | 101·6 | 267 | 119·5 |
| 132 | 50·2 | 166 | 67·1 | 200 | 84·4 | 234 | 102·1 | 268 | 120·0 |
| 133 | 50·7 | 167 | 67·6 | 201 | 84·9 | 235 | 102·6 | 269 | 120·5 |
| 134 | 51·2 | 168 | 68·1 | 202 | 85·4 | 236 | 103·2 | 270 | 121·1 |
| 135 | 51·7 | 169 | 68·6 | 203 | 85·9 | 237 | 103·7 | 271 | 121·6 |
| 136 | 52·2 | 170 | 69·1 | 204 | 86·5 | 238 | 104·2 | 272 | 122·1 |
| 137 | 52·7 | 171 | 69·6 | 205 | 87·0 | 239 | 104·7 | 273 | 122·6 |
| 138 | 53·2 | 172 | 70·0 | 206 | 87·5 | 240 | 105·3 | 274 | 123·2 |
| 139 | 53·7 | 173 | 70·5 | 207 | 88·0 | 241 | 105·8 | 275 | 123·7 |
| 140 | 54·2 | 174 | 71·0 | 208 | 88·5 | 242 | 106·3 | 276 | 124·2 |
| 141 | 54·7 | 175 | 71·5 | 209 | 89·1 | 243 | 106·8 | 277 | 124·7 |
| 142 | 55·2 | 176 | 72·0 | 210 | 89·6 | 244 | 107·4 | 278 | 125·3 |
| 143 | 55·7 | 177 | 72·5 | 211 | 90·1 | 245 | 107·9 | 279 | 125·8 |
| 144 | 56·2 | 178 | 73·0 | 212 | 90·6 | 246 | 108·4 | 280 | 126·4 |
| 145 | 56·7 | 179 | 73·5 | 213 | 91·2 | 247 | 108·9 | 281 | 126·9 |
| 146 | 57·2 | 180 | 74·0 | 214 | 91·7 | 248 | 109·5 | 282 | 127·4 |
| 147 | 57·7 | 181 | 74·5 | 215 | 92·2 | 249 | 110·0 | 283 | 128·0 |
| 148 | 58·2 | 182 | 75·0 | 216 | 92·7 | 250 | 110·5 | 284 | 128·5 |
| 149 | 58·7 | 183 | 75·5 | 217 | 93·3 | 251 | 111·1 | 285 | 129·1 |
| 150 | 59·2 | 184 | 76·0 | 218 | 93·8 | 252 | 111·6 | 286 | 129·6 |
| 151 | 59·7 | 185 | 76·6 | 219 | 94·3 | 253 | 112·1 | 287 | 130·2 |
| 152 | 60·2 | 186 | 77·1 | 220 | 94·8 | 254 | 112·6 | 288 | 130·7 |
| 153 | 60·6 | 187 | 77·6 | 221 | 95·3 | 255 | 113·2 | 289 | 131·2 |
| 154 | 61·1 | 188 | 78·1 | 222 | 95·9 | 256 | 113·7 | 290 | 131·8 |
| 155 | 61·6 | 189 | 78·6 | 223 | 96·4 | 257 | 114·2 | 291 | 132·3 |
| 156 | 62·1 | 190 | 79·2 | 224 | 96·9 | 258 | 114·7 | 292 | 132·9 |
| 157 | 62·6 | 191 | 79·7 | 225 | 97·4 | 259 | 115·3 | 293 | 133·4 |
| 158 | 63·1 | 192 | 80·2 | 226 | 97·9 | 260 | 115·8 | 294 | 133·9 |
| 159 | 63·6 | 193 | 80·7 | 227 | 98·4 | 261 | 116·3 | 295 | 134·5 |
| 160 | 64·1 | 194 | 81·3 | 228 | 99·0 | 262 | 116·8 | 296 | 135·0 |
| 161 | 64·6 | 195 | 81·8 | 229 | 99·5 | 263 | 117·4 | 297 | 135·6 |
| 162 | 65·1 | 196 | 82·3 | 230 | 100·0 | 264 | 117·9 | 298 | 136·1 |
| 163 | 65·6 | 197 | 82·8 | 231 | 100·5 | 265 | 118·4 | 299 | 136·7 |

| *mg* Kupfer | *mg* Invert-zucker | *mg* Kupfer | *mg* Invert-zucker | *mg* Kupfer | *mg* Invert-zucker | *mg* Kupfer | *mg* Invert-zucker | *mg* Kupfer | *mg* Invert-zucker |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 300 | 137·2 | 325 | 150·7 | 350 | 164·0 | 375 | 177·3 | 400 | 190·7 |
| 301 | 137·7 | 326 | 151·3 | 351 | 164·5 | 376 | 177.8 | 401 | 191·2 |
| 302 | 138·3 | 327 | 151·8 | 352 | 165·0 | 377 | 178·3 | 402 | 191·8 |
| 303 | 138·8 | 328 | 152·3 | 353 | 165·6 | 378 | 178·9 | 403 | 192·3 |
| 304 | 139·4 | 329 | 152·9 | 354 | 166·1 | 379 | 179·4 | 404 | 192·8 |
| 305 | 139·9 | 330 | 153·4 | 355 | 166·6 | 380 | 179·9 | 405 | 193·4 |
| 306 | 140·5 | 331 | 153·9 | 356 | 167·2 | 381 | 180·5 | 406 | 193·9 |
| 307 | 141·0 | 332 | 154·5 | 357 | 167·7 | 382 | 181·0 | 407 | 194·5 |
| 308 | 141·5 | 333 | 155·0 | 358 | 168·2 | 383 | 181·6 | 408 | 195·0 |
| 309 | 142·1 | 334 | 155·5 | 359 | 168·8 | 384 | 182·1 | 409 | 195·5 |
| 310 | 142·6 | 335 | 156·0 | 360 | 169·3 | 385 | 182·6 | 410 | 196·1 |
| 311 | 143·2 | 336 | 156·6 | 361 | 169·8 | 386 | 183·2 | 411 | 196·6 |
| 312 | 143·7 | 337 | 157·1 | 362 | 170·4 | 387 | 183·7 | 412 | 197·1 |
| 313 | 144·3 | 338 | 157·6 | 363 | 170·9 | 388 | 184·2 | 413 | 197.7 |
| 314 | 144·8 | 339 | 158·2 | 364 | 171·4 | 389 | 184·8 | 414 | 198·2 |
| 315 | 145·3 | 340 | 158·7 | 365 | 171·9 | 390 | 185·3 | 415 | 198·8 |
| 316 | 145.9 | 341 | 159·2 | 366 | 172·5 | 391 | 185·9 | 416 | 199·3 |
| 317 | 146·4 | 342 | 159·8 | 367 | 173·0 | 392 | 186·4 | 417 | 199·8 |
| 318 | 147·0 | 343 | 160·3 | 368 | 173·5 | 393 | 186·9 | 418 | 200·3 |
| 319 | 147·5 | 344 | 160·8 | 369 | 174·1 | 394 | 187·5 | 419 | 200·9 |
| 320 | 148·0 | 345 | 161·3 | 370 | 174·6 | 395 | 188·0 | 420 | 201·4 |
| 321 | 148·6 | 346 | 161·9 | 371 | 175·1 | 396 | 188·5 | | |
| 322 | 149·1 | 347 | 162·4 | 372 | 175·6 | 397 | 189·1 | | |
| 323 | 149·7 | 348 | 162·9 | 373 | 176·2 | 398 | 189·6 | | |
| 324 | 150·2 | 349 | 163·5 | 374 | 176·7 | 399 | 190·2 | | |

## V. Bestimmung der Raffinose in Rohzuckern.

In Melassen oder im Syrup von Rohrzucker, welcher aus Melasse mittelst Strontian hergestellt wurde, findet man diese Zuckerart, früher auch „Pluszucker“ genannt.

Die Bestimmung der Raffinose kann nach zwei Arten durchgeführt werden:

*a)* nach dem Schleimsäureverfahren und

*b)* nach dem Inversionsverfahren.

## Tabelle Nr. X.

| Bei Gemischen von Rohrzucker (R) und Invertzucker (I) in Procenten | treffen auf *mg* Invertzucker | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 245 | 225 | 200 | 175 | 150 | 125 | 100 | 75 | 50 |
| | Milligramm Kupfer | | | | | | | | |
| 99 R.+ 1 I. | — | — | 417·3 | 370·8 | 323·6 | 277·5 | 230·0 | 182·0 | 131·5 |
| 98 R.+ 2 I. | — | — | 393·7 | 357·7 | 304·7 | 259·7 | 213·7 | 166·0 | 113·8 |
| 97 R.+ 3 I. | — | — | 385·7 | 350·6 | 298·4 | 253·8 | 207·9 | 158 3 | 107·9 |
| 96 R.+ 4 I. | — | — | 381·7 | 339·1 | 295·3 | 250·8 | 205·0 | 155·4 | 105·7 |
| 95 R.+ 5 I. | 439·7 | 420·1 | 379·3 | 337·0 | 293·4 | 249·0 | 203·3 | 153·6 | 103·2 |
| 94 R.+ 6 I. | 438·5 | 416·5 | 376·6 | 334·7 | 290·1 | 245·4 | 199·8 | 151·0 | 101·5 |
| 93 R.+ 7 I. | 437·6 | 413·9 | 374·6 | 332·3 | 287·8 | 242·9 | 197·3 | 149·2 | 100·2 |
| 92 R.+ 8 I. | 437·0 | 411·9 | 373·1 | 330·4 | 286·3 | 241·0 | 195·4 | 147·9 | 99·3 |
| 91 R.+ 9 I. | 436·5 | 410·3 | 372·0 | 328·8 | 285·1 | 239·4 | 193·9 | 146·8 | 98·6 |
| 90 R.+10 I. | 436·1 | 409·2 | 371·1 | 327·8 | 284·0 | 238·2 | 192·7 | 146·0 | 98·0 |

### *a) Schleimsäureverfahren.*)*

Es wird die abgewogene Probe, in welcher stets nahe an 5 *g* Trockensubstanz vorhanden sein müssen, in einem Bechergläschen von etwa 23 *cm* Bodendurchmesser mit 60 $cm^3$ Salpetersäure von 1·15 spec. Gewicht bei 15° versetzt und im Wasserbade unter zeitweiligem Umrühren auf genau $^1/_2$ Vol. eingedampft. Nachdem dies geschehen ist, fügt man zu der erkalteten Flüssigkeit 0·5 *g* reine, trockene Schleimsäure, rührt dieselbe möglichst gleichmässig ein, und fügt noch 10 $cm^3$ destilliertes Wasser zu. Man rührt nun die Lösung zu etwa 6 verschiedenen, durch möglichst gleichmässige Zwischenräume voneinander getrennten Zeiten tüchtig um und filtriert am dritten Tage den Schleimsäureniederschlag ab, indem man darauf achtet, dass möglichst genau 48 Stunden nach Beendigung der Oxydation verflossen sind. Den Niederschlag bringt man ohne Verlust vermittelst des Filtrates auf das vorher im Wasserbadtrockenschranke sorgfältig getrocknete und darnach im Filtertrockengläschen gewogene Filter.

Hat man dann alle Schleimsäure auf dem Filter gesammelt, so wäscht man zuerst mit 5 $cm^3$ destilliertem Wasser vor-

*) Wagner's Jahresbericht 1887, S. 943.

sichtig nach. Das Ausscheiden, Filtrieren, Auswaschen d Schleimsäure muss bei Temperaturen von 17—22° geschehe

Nach dem nun folgenden Trocknen des Niederschlag im Wasserbadtrockenschranke bringt man ihn in ein tariert Filtertrockengläschen. Man wiegt nach dem Erkalten wied und hat sodann nach Abzug des Filters und der zugesetzte Schleimsäure die neugebildete Schleimsäure gefunden.

Es entsprechen dann nach Tabelle Nr. XI.:

**Tabelle Nr. XI.**

| Schleimsäure *g* | Raffinose *g* |
|---|---|
| 0·00 | 0·036 |
| 0·01 | 0·103 |
| 0·02 | 0·160 |
| 0·03 | 0·220 |
| 0·04 | 0·275 |
| 0·05 | 0·332 |
| 0·06 | 0·386 |
| 0·08 | 0·486 |
| 0·10 | 0·570 |

Wenn auch fremde polarisierende Stoffe die quantitativ Bestimmung der Raffinose durch Oxydation zu Schleimsäur und Ermittlung dieser letzteren auf gewichtsanalytischem Weg nicht behindern, so wird auf diese Weise die Raffinose dennoc nicht genauer als bis 0·29 % gefunden.

*b) Inversionsverfahren nach R. Creydt.*)*

(Apparat von Schmidt & Hänsch vorausgesetzt.)

Das ganze Normalgewicht (26·048 *g*) ist abzuwägen un in einem 100 $cm^3$-Kolben mit Wasser auf 100 $cm^3$ zu bringen. Man schliesst das Kölbchen mit einem Gummistopfen und schüttelt tüchtig um. Hierauf nimmt man mit einer trockenen, auf Auslauf geaichten 50 $cm^3$-Pipette 50 $cm^3$ der Lösung und bringt diese in einen zweiten trockenen 100 $cm^3$-Kolben. Di an der Spitze der Pipette und im Innern derselben haftend Lösung bringt man in den ersten 100 $cm^3$ messenden Kolbe

*) Zeitschrift des Deutschen Vereines für Rübenzuckerindustrie 188 S. 979 und Wagner's Jahresbericht 1888, S. 935.

vermittelst Wasser [illegible]
füllt auf [illegible]
diese Lösung nach dem Filtrieren [illegible]
Die nach der Polarisation im 200 mm-Rohr [illegible]
Drehung [illegible] man. Man [illegible] A.
Die in den zweiten [illegible]
versetzt man mit 5 cm [illegible] gehalt und [illegible]
salzsauren Zuckerlösung [illegible]
indem man das Kölbchen in [illegible]
von etwa 67—7[illegible] Wasser [illegible]
dem 15 Minuten [illegible]
invertiert. Bis zum [illegible]
5 Minuten [illegible] dass [illegible]
10 bis 11 Minuten [illegible]
der Inversionstemperatur [illegible]
in das Kölbchen [illegible]

Über 70[illegible] darf die Temperatur [illegible] auch nur kurze Zeit [illegible] Resultate erhält; am besten ist es [illegible] von 67 bis 69° zum Invertieren zu benützen. Nach dem Invertieren kühlt man in fliessendem Wasser rasch auf Zimmertemperatur ab, füllt mit Wasser zur 100 cm³-Marke [illegible] klärt nach Bedürfnis mit durch Salzsäure gereinigter trockener Knochenkohle, ohne indessen einen starken Überschuss anzuwenden und lässt noch etwa ½ bis 1 Stunde bei Zimmertemperatur stehen.

Man polarisiert nach dem Filtrieren in einem 200 mm Glasrohre, beobachtet genau die Temperatur der zu polarisierenden Flüssigkeit und verdoppelt die gefundenen Grade. Die Polarisation hat bei 20° stattzufinden; wenn die Polarisation nicht bei 20° C. erfolgt ist, so corrigiert man den gefundenen Wert auf 20°. Man hat so die Inversionspolarisation = B. A — B = C die Polarisations-Verminderung.

Zu berechnen ist für wasserhältige Raffinose nach den Formeln:

Rohrzucker $\%$ = Z  Raffinose $\%$ = R

$$Z = \frac{C - 0{\cdot}493}{0{\cdot}831}; \qquad R = \frac{A - Z}{1{\cdot}5[illegible]}$$

und für wasserfreie Raffinose [$R_1$] (15·15 % Wasser)

$$R_1 = \frac{A - Z}{1{\cdot}85}$$

Um dem Einflusse der Beobachtungstemperatur Rechnung zu tragen, hat T. Breyer*) Clerget's und Creydt's Formeln combiniert. Zum Schlusse sei hier der Vergleich der Angaben einiger verschiedener Polarisations-Instrumente angeführt:

1° Wild = 4·6043° Soleil.
1° Soleil = 0·217189° Mitscherlich, Wild oder Laurent.
1° Ventzke-Soleil = 0·346015° Mitscherlich, Wild oder Laurent.
1° Soleil = 0·6276° Ventzke-Soleil.
1° Ventzke-Soleil = 1·59315° Soleil.

---

## C. Zuckerrüben-Analyse.

Es ist klar, dass die Untersuchung einer einzelnen Rübe nicht genügt, um ein Urtheil über die Ausbeute an Zucker zu fällen, da die einzelnen Rüben-Individuen in ihrer quantitativen Zusammensetzung bedeutend variieren können.

Man wird also eine grössere Anzahl von Rüben zur Analyse nehmen, sie eventuell durch einen Axialschnitt in zwei Theile zerlegen und von jeder Rübe die Hälfte verwenden.

Die Rüben müssen zu diesem Zwecke von den anhängenden Schmutztheilchen, Erde, Sand etc., durch Waschen mit Wasser befreit und derartig geköpft werden, wie dies im Fabriksbetriebe geschieht (Blattkopf und Blattscheibe), auch die Wurzelausläufer, falls selbe nicht auf dem Felde vollständig entfernt wurden, müssen beseitigt werden. Hierauf ermittelt man nach dem Abtrocknen mit einem Tuche das Durchschnittsgewicht.

Die Analyse selbst kann sich entweder auf die ganze Rübe, die Rübenschnitzel, den Rübenbrei oder den Rübensaft allein erstrecken.

### *a)* Untersuchung des Breies.

Der Rübenbrei wird erhalten, wenn man die in Hälften getheilten Rüben auf einer Reibe oder Reibmaschine zerkleinert.

#### I. Trockensubstanz-Bestimmung.

Etwa 20—30 *g* Brei werden auf einer Glas- oder Porzellanschale sammt einem Glasstabe gewogen und zunächst bei circa 80° C., dann bei 105° C. getrocknet, wobei man, um das Austrocknen zu beschleunigen, die Masse mit dem Glasstabe zertheilt. Der Gewichtsverlust gibt das Wasser an.

---

*) Chemiker-Zeitung 1889, Nr. 35.

### II. Aschenbestimmung.

Ein Theil der Trockensubstanz wird eingeäschert und die Asche gewogen. In der Asche werden entweder sämmtliche Stoffe oder bloss Calciumoxyd, Magnesiumoxyd und die Alkalien bestimmt.

### III. Pülpebestimmung.

(Markbestimmung.)

Circa 20—30 *g* Brei werden gewogen, in ein dichtes Tuch, das durch Auswaschen von der Schlichte befreit wurde, geschlagen und durch Pressung von dem Safte getrennt, mit Wasser durchnässt und neuerdings abgepresst. Auf diese Weise wird solange verfahren, als noch lösliche Bestandtheile weggeführt werden; zum Schlusse wäscht man mit destilliertem Wasser und etwas Alkohol nach. Der so ausgewaschene Rückstand wird auf einer gewogenen Schale (Tiegel) gesammelt und bei 105° C. getrocknet; sein Gewicht gibt die sogenannte Rohpülpe. Wird dieselbe eingeäschert und das Gewicht der Asche von ihrem Gewichte abgezogen, dann erhält man die Pülpe (Mark).

### IV. Stickstoff-Bestimmung in der Trockensubstanz.

Diese Bestimmung wird nach den Methoden, die bei der Getreideanalyse besprochen werden sollen, durchgeführt.

## *b)* Untersuchung des Rübensaftes.

Den Saft gewinnt man durch Auspressen des durchgemischten, in einem Tuche eingeschlagenen Breies in einer Spindelpresse. Der abfliessende Saft wird durchgemischt. Hierauf befreit man denselben von eventuell durch die Maschen des Tuches hindurchgegangenen Pülpetheilchen mittelst eines Coliertuches.

### I. Saccharometerangabe.

Es wird zunächst das specifische Gewicht des Saftes bestimmt und auf die Normaltemperatur 14° R. = 17·5° C. reduciert; doch ist es besser, vorerst die Flüssigkeit auf die Normaltemperatur zu bringen und dann die Dichte mit einem Aräometer oder einem Saccharometer zu ermitteln. Die Dichte kann man auch mit dem Pyknometer oder mit der Mohr'schen Wage bestimmen.

Die Saccharometerangabe entspricht dem scheinbaren Trockensubstanzgehalte des Saftes, da ausser Zucker auch noch andere Stoffe in Lösung befindlich sind.

## II. Zuckerbestimmung.

100 *cm*³ Saft werden mit $^1/_{10}$ Vol. Klärmittel versetzt (6 *cm*³ Bleiessig, 4 *cm*³ Alaun), durchgeschüttelt, 10 Minuten absetzen gelassen, durch ein trockenes Filter filtriert, hierauf polarisiert.

Bei Benützung des Mitscherlich'schen Apparates ist der Procentgehalt (P) des Rohrzuckers:

$$P = \frac{0{\cdot}75 \,.\, D}{s};$$

wobei s das specifische Gewicht des Saftes bedeutet.

Werden 45 *g* Saft durch Verdünnung mit Wasser auf 50 *cm*³ gebracht, dann findet man den Procentgehalt (P):

$$P = 0{\cdot}833 \,.\, D;$$

wobei die Drehung D wegen der Verdünnung durch das Klärmittel corrigiert werden muss.

Beim Soleil'schen Apparate gibt die Formel:

$$Pz = \frac{P}{6{\cdot}116 \,.\, s}$$

den Procentgehalt (Pz) an Rohrzucker.

Wiegt man 16·35 *g* ein und verdünnt man zu 100 *cm*³ mit Wasser, dann ist die Beobachtung am Instrumente direct der Zuckerprocentgehalt des Saftes.

Steht ein Polarimeter nach Ventzke-Scheibler in Verwendung, dann ist:

$$Pz = \frac{0{\cdot}26048 \,.\, P}{s}.$$

Werden 26·048 *g* Saft zu 100 *cm*³ Wasser verdünnt, dann ist die Ablesung direct der Zuckerprocentgehalt (Pz).

Selbstverständlich ist einer Verdünnung durch Bleiessig Rechnung zu tragen.

Wie bereits erwähnt, gibt die Untersuchung mit dem Wild'schen Polaristrobometer sehr genaue Resultate.

Von dem zu untersuchenden Rübensafte bestimmt man das specifische Gewicht, giesst davon in ein Kölbchen von 110 *cm*³ Inhalt bis zu dem mit 100 *cm*³ bezeichneten Striche, hierauf setzt man Bleiessig bis zum zweiten Strich 110 zu, filtriert die Mischung nach dem Durchschütteln und beobachtet mit der 220 *mm*-Röhre.

Die abgelesene Zahl dividiert durch das gefundene pecifische Gewicht mal 10 gibt direct Gewichtsprocente ucker im Safte:

$$P = \frac{D}{s.10}.$$

Wiegt man von dem zu untersuchenden Safte 20 *g* oder, je nach dem muthmasslichen Zuckergehalte, das zwei-, drei-, vierfache des Normalquantums ab, fügt einige Tropfen Bleiessig zur Klärung bei, füllt mit destilliertem Wasser bis zu 100 $cm^3$ im lasskölbchen auf, filtriert und beobachtet man in der 200 *mm*-öhre, dann gibt die gefundene Zahl durch 2, 4, 6, 8 dividiert irect Procente Zucker im Safte. Es muss hier erwähnt werden, ass alle Resultate etwas zu hoch ausfallen, da durch den Bleiessig-iederschlag eine Volumsverminderung hervorgerufen wird.

Scheibler empfiehlt, für Rübensäfte, die einen mittleren uckergehalt haben, eine Correctur von 0·17 Procenten Zucker nzubringen. In der Praxis wird dieser Fehler vernachlässigt. berhaupt ist der Polarisationswert kein absolut richtiger, da n Rübensafte verschiedene Stoffe enthalten sind oder durch rankheiten der Rübe sich bilden können. Hiezu gehören: sparagin, Asparaginsäure, Äpfelsäure, Dextran etc.

Diese Substanzen sind optisch-activ und werden durch n Bleiessig nur zum Theile gefällt.

Die beste Methode, auch diesen Fehler, der insbesondere i beschädigten oder unreifen Rüben ziemlich gross ausfallen ann, zu beseitigen, ist die Alkoholfällungsmethode von Sickel.*)

Der Alkohol beeinflusst das optische Verhalten des Rohr-ckers im Safte nicht und beseitigt das Rotationsvermögen r in demselben enthaltenen Stoffe (Nichtzucker). Bei Aus-hrung des Versuches ist das Normalgewicht von dem zu ntersuchenden Rübensafte abzuwiegen, in ein ) $cm^3$-Kölbchen zu geben, 1 $cm^3$ Bleiessig (spec. ewicht 1·235—1·240) hinzuzufügen, mit absolutem lkohol aufzufüllen und gut umzuschütteln. Beim ischen tritt Contraction ein; da jedoch auch emperaturerhöhung eintritt, lässt man die Flüssig-eit, um sie abzukühlen, 5 Minuten in Ruhe, füllt erauf bis zur Marke auf und filtriert.



*Fig. 5.*

Um Verdunstungsverluste zu vermeiden, ist der Trichter (*T*) it einer Glasplatte (*P*) zu bedecken. (*Fig. 5.*)

*) Zeitschrift des Vereines für Rübenzuckerindustrie des Deutschen iches 1877, S. 779, und Post, Chemisch-techn. Analyse, S. 755.

Es kann auch die Probe unter Berücksichtigung des Volumens vorgenommen werden, dann ist aber selbstverständlich die Dichte des Saftes zu ermitteln.

Es werden 25 $cm^3$ Saft in ein zu verschliessendes 50 $cm^3$- (oder 100 $cm^3$-) Kölbchen gebracht, dann 1—2 $cm^3$ Bleiessig und Alkohol (95%ig) bis zur Marke zugefügt und gut durchgeschüttelt. Auf die Temperaturerhöhung und Contraction muss durch nachfolgendes Auffüllen auf 50 $cm^3$ (100 $cm^3$) Rücksicht genommen werden.

Dann wird wie oben durch ein trockenes Filter filtriert und polarisiert.

## III. Bestimmung der Trockensubstanz und der Asche.

Um die Trockensubstanz zu bestimmen, kann man derart verfahren, dass man zu einer gewogenen Menge Saft eine gewogene Menge gewaschenen und ausgeglühten Sandes mischt, die Mischung zunächst auf dem Wasserbade eindampft, hierauf bei 105° C. trocknet und wiegt.

Zieht man von der Trockensubstanz den Zuckergehalt mehr der in derselben enthaltenen Asche ab, so erhält man den organischen Nichtzucker. Häufig ist auch die nur annähernd richtige Methode in Anwendung, den Nichtzucker ($N$) aus der Differenz der Spindelangabe ($S$) (Saccharometerprocente) und der Polarisation ($P$) zu berechnen.

$$N = S - P.$$

Um den sogenannten Quotienten (Factor, Reinheitsfactor) des Saftes, zum annähernden Vergleiche mit anderen Säften, zu erhalten, benützt man folgende Proportion:

$$S : P = 100 : x; \qquad x = \frac{P \cdot 100}{S},$$

wobei $S$ die Saccharometerangabe und $P$ den Rohrzuckerprocentgehalt bedeutet. Um den wahren Reinheitsquotienten ($Q$) zu erhalten, ist die Gleichung $Q = \frac{P \cdot 100}{N}$ zu benützen.

Der Nichtzuckerquotient ($Q_1$) ist $Q_1 = \frac{N \cdot 100}{P}$, ($N$ und $P$ von bekannter Bedeutung).

Um die Aschenmenge im Safte zu bestimmen, wird der eingetrocknete gewogene Saft verkohlt und hierauf verbrannt.

### IV. Säurebestimmung.

Eine gewogene oder gemessene Menge Saft wird, da der oxydierte Farbstoff der Rübe den Saft dunkel färbt, verdünnt und mit $\frac{n}{10}$ Normal-Alkali titriert, wobei die Tüpfelprobe in Anwendung kommt; es kann jedoch auch Blauholz-Extract als Wächter benützt werden.

Das Resultat wird entweder in $cm^3$ Normal-Alkali oder in *g* Calciumoxyd für 100 *g* Saft ausgedrückt.

## c) Bestimmung des Zuckergehaltes der Rübe.

Bei Bestimmung des Zuckergehaltes der Rübe selbst wird vielfach angenommen, dass eine Rübe normal 95 Procente Saft gibt. Diese Annahme ist jedoch höchst ungenau; genauere Resultate werden erhalten, wenn man sich für die entsprechende Versuchsreihe die Saftmenge ermittelt.

Pohl*) gibt folgendes Verfahren an: Hat man *a g* zur Pülpebestimmung genommen und das Gewicht der Rohpülpe *b*, als Ausdruck für alle in Wasser unlöslichen Bestandtheile, ferner *P* den Procentgehalt an Zucker im Safte gefunden, so berechnet sich der Zuckergehalt der Rübe ($z$):

$$z = \frac{(a - b)\,P}{a};$$

der Procentgehalt an Saft ($s$):

$$s = \frac{(a - b)\,100}{a}$$

und der Procentgehalt an Pülpe ($p$):

$$p = \frac{b\,100}{a}.$$

Um den Zuckergehalt der Rübe direct zu finden, ist das Scheibler'sche Verfahren**) sehr gut in Anwendung zu bringen; er extrahiert eine gewogene Menge Rübenbrei mit Alkohol in einem von ihm angegebenen Apparate.

Die Zuckerlösung wird geklärt, filtriert und polarisiert; diese Methode hat auch den Vortheil der Sickel'schen, indem durch den Alkohol die optisch-activen Substanzen unschädlich gemacht werden.

---

*) Wiener Akad. Ber. 1856, Bd. XXI.

**) Post, Chemisch-technische Analyse, S. 725.

## D. Saturationsschlamm- (Scheideschlamm-) Analyse.

Der Scheideschlamm besteht wesentlich aus Calciumcarbonat, enthält aber auch alle durch Calciumhydroxyd abscheidbaren Stoffe (Calciumsalze der organischen Säuren, stickstoffhältige Verbindungen etc.).

Für den Zuckerfabrikanten ist es von Interesse, den Zuckergehalt des Saturationsschlammes kennen zu lernen, den er nach den einschlägigen Untersuchungen A. Herzfeld's*) ungescheut so weit als möglich durch weitere Verarbeitung zu gewinnen trachten kann, ohne Gefahr zu laufen, dass durch Auslaugung nennenswerte Mengen activer Nichtzucker in Lösung gelangen. Die Analyse des Scheideschlammes wird nach Scheibler**) durchgeführt und umfasst folgende Bestimmungen:

### I. Wasserbestimmung.

Durch Austrocknen einer gut durchgemischten Schlammprobe wird der Wassergehalt ziemlich genau erfahren; ganz genau deshalb nicht, da kleine Quantitäten Ätzkalk durch die Kohlensäure der Luft in Carbonat übergeführt werden.

### II. Aschenbestimmung (Untersuchung der Asche) und Bestimmung des organischen Nichtzuckers.

Die Trockensubstanz wird verkohlt, eingeäschert, wiederholt mit kohlensaurem Ammon befeuchtet, schwach geglüht und nach dem Abkühlen im Exsiccator gewogen; es ist hierbei zu bemerken, dass ein Theil des Calciums, das an Säuren, Zucker etc. gebunden war, ferner auch der Ätzkalk, der manchmal in geringen Mengen vorhanden sein kann, als Carbonat ausgewogen wird.

Zur Beurtheilung des Scheideschlammes als Düngemittel ist eine vollständige Aschenanalyse unbedingt erforderlich. Auch ist eine Kohlensäure-Bestimmung des Scheideschlammes und eine Stickstoff-Bestimmung in der Trockensubstanz auszuführen.

---

*) Wagner's Jahresbericht 1888, S. 868.
**) Post, Chem.-techn. Analyse, S. 770.

Zieht man von dem Gewichte der Trockensubstanz das Gewicht der Asche, vermehrt um das des zu bestimmenden Zuckers, ab, so erhält man den organischen Nichtzucker.

### III. Zuckerbestimmung.

Nach A. Nord.*)

Man benützt zu diesem Zwecke den Scheibler'schen Extractionsapparat.

Es wird das für den anzuwendenden Polarisationsapparat vorgeschriebene Normalgewicht Schlamm — um jede Rechnung zu vermeiden — in die Extractionsröhre in kleinen Stückchen eingeführt, längere Zeit hindurch Kohlensäure eingeleitet, hierauf die Röhre mit Gummistopfen vollständig verschlossen und dieselbe 12 Stunden ruhig liegen gelassen; nach dieser Zeit wird das Kohlendioxyd den Zuckerkalk und etwa noch vorhandenen Ätzkalk zersetzt haben. Man extrahiert nun mit Alkohol und füllt die zu polarisierende Flüssigkeit zu 100 $cm^3$ auf; die am Polarimeter abgelesenen Grade geben dann die Procente des im Schlamm enthaltenen Zuckers.

Der Zucker lässt sich auch so bestimmen, dass man den Schlamm mit Wasser verreibt und in den dünnen Brei Kohlensäure zur Zerlegung des Zuckerkalkes und Überführung des Calciumoxyds in Calciumcarbonat einleitet.

---

## E. Stärkezucker- (Traubenzucker-, Dextrose-) Analyse.

Der Stärkezucker wird hauptsächlich aus Kartoffelstärke erzeugt und kommt nicht nur als Syrup, sondern auch in Blöcken und Broden im Handel vor. Die Untersuchung des Stärkezuckers erstreckt sich auf folgende Bestimmungen:

### I. Wasser- und Aschen-Bestimmung, als auch nähere Untersuchung der mineralischen Bestandtheile.

Zu dieser Bestimmung werden etwa 20—30 *g* Stärkezucker fein geschabt und hievon eine gewogene Menge zunächst

*) Scheibler's Neue Zeitschrift für Rübenzucker-Industrie II., 191.

bei 80° C., dann bei 105° C. getrocknet und gewogen; die Gewichtsabnahme gibt den Wassergehalt. Die Trockensubstanz wird, wie beim Rohrzucker angegeben wurde, successive verascht und die Asche gewogen. Die Asche soll bei reinem Stärkezucker der Hauptmenge nach aus Gyps bestehen.

## II. Stärkezucker- und Dextrin-Bestimmung.

Die Stärkezucker-Bestimmung wird nach F. Allihn*) vorgenommen.

Man nimmt hiezu die bereits beschriebene Kupfervitriollösung; die Seignettesalzlösung hat jedoch eine andere Zusammensetzung als früher:

173 *g* Seignettesalz und 125 *g* Kalihydrat werden in Wasser gelöst und zu 500 $cm^3$ aufgefüllt.

Nach der Vorschrift von Allihn sind folgende Mengen zu nehmen:

30 $cm^3$ Kupferlösung,
30 $cm^3$ Seignettesalzlösung obiger Zusammensetzung und
60 $cm^3$ Wasser werden zum Sieden erhitzt,
25 $cm^3$ einer Zuckerlösung, die nicht mehr als 1percentig sein darf, zugegeben und 2 Minuten lang im Sieden unterhalten.

Weiters wird wie bereits bekannt verfahren und aus dem gefundenen Kupfergewichte die Dextrose nach folgender Tabelle berechnet:

### Tabelle Nr. XII.

| *mg* Kupfer | *mg* Dextrose | *mg* Kupfer | *mg* Dextrose | *mg* Kupfer | *mg* Dextrose | *mg* Kupfer | *mg* Dextrose |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 10 | 6·1 | 19 | 10·5 | 28 | 15·0 | 37 | 19·4 |
| 11 | 6·6 | 20 | 11·0 | 29 | 15·5 | 38 | 19·9 |
| 12 | 7·1 | 21 | 11·5 | 30 | 16·0 | 39 | 20·4 |
| 13 | 7·6 | 22 | 12·0 | 31 | 16·5 | 40 | 20·9 |
| 14 | 8·1 | 23 | 12·5 | 32 | 17·0 | 41 | 21·4 |
| 15 | 8·6 | 24 | 13·0 | 33 | 17·5 | 42 | 21·9 |
| 16 | 9·0 | 25 | 13·5 | 34 | 18·0 | 43 | 22·4 |
| 17 | 9·5 | 26 | 14·0 | 35 | 18·5 | 44 | 22·9 |
| 18 | 10·0 | 27 | 14·5 | 36 | 18·9 | 45 | 23·4 |

*) Journal f. prakt. Chemie 1880.

| mg Kupfer | mg Dextrose | mg Kupfer | mg Dextrose | mg Kupfer | mg Dextrose | mg Kupfer | mg Dextrose |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 46 | 23·9 | 84 | 42·8 | 122 | 62·1 | 160 | 81·7 |
| 47 | 24·4 | 85 | 43·4 | 123 | 62·6 | 161 | 82·2 |
| 48 | 24·9 | 86 | 43·9 | 124 | 63·1 | 162 | 82·7 |
| 49 | 25·4 | 87 | 44·4 | 125 | 63·7 | 163 | 83·3 |
| 50 | 25·9 | 88 | 44·9 | 126 | 64·2 | 164 | 83·8 |
| 51 | 26·4 | 89 | 45·4 | 127 | 64·7 | 165 | 84·3 |
| 52 | 26·9 | 90 | 45·9 | 128 | 65·2 | 166 | 84·8 |
| 53 | 27·4 | 91 | 46·4 | 129 | 65·7 | 167 | 85·3 |
| 54 | 27·9 | 92 | 46·9 | 130 | 66·2 | 168 | 85·9 |
| 55 | 28·4 | 93 | 47·4 | 131 | 66·7 | 169 | 86·4 |
| 56 | 28·8 | 94 | 47·9 | 132 | 67·2 | 170 | 86·9 |
| 57 | 29·3 | 95 | 48·4 | 133 | 67·7 | 171 | 87·4 |
| 58 | 29·8 | 96 | 48·9 | 134 | 68·2 | 172 | 87·9 |
| 59 | 30·3 | 97 | 49·4 | 135 | 68·8 | 173 | 88·5 |
| 60 | 30·8 | 98 | 49·9 | 136 | 69·3 | 174 | 89·0 |
| 61 | 31·3 | 99 | 50·4 | 137 | 69·8 | 175 | 89·5 |
| 62 | 31·8 | 100 | 50·9 | 138 | 70·3 | 176 | 90·0 |
| 63 | 32·3 | 101 | 51·4 | 139 | 70·8 | 177 | 90·5 |
| 64 | 32·8 | 102 | 51·9 | 140 | 71·3 | 178 | 91·1 |
| 65 | 33·3 | 103 | 52·4 | 141 | 71·8 | 179 | 91·6 |
| 66 | 33·8 | 104 | 52·9 | 142 | 72·3 | 180 | 92·1 |
| 67 | 34·3 | 105 | 53·5 | 143 | 72·9 | 181 | 92·6 |
| 68 | 34·8 | 106 | 54·0 | 144 | 73·4 | 182 | 93·1 |
| 69 | 35·3 | 107 | 54·5 | 145 | 73.9 | 183 | 93·7 |
| 70 | 35·8 | 108 | 55·0 | 146 | 74·4 | 184 | 94·2 |
| 71 | 36·3 | 109 | 55·5 | 147 | 74·9 | 185 | 94·7 |
| 72 | 36·8 | 110 | 56·0 | 148 | 75·5 | 186 | 95·2 |
| 73 | 37·3 | 111 | 56·5 | 149 | 76·0 | 187 | 95·7 |
| 74 | 37·8 | 112 | 57·0 | 150 | 76·5 | 188 | 96·3 |
| 75 | 38·3 | 113 | 57·5 | 151 | 77·0 | 189 | 96·8 |
| 76 | 38·8 | 114 | 58·0 | 152 | 77·5 | 190 | 97·3 |
| 77 | 39·3 | 115 | 58·6 | 153 | 78·1 | 191 | 97·8 |
| 78 | 39·8 | 116 | 59·1 | 154 | 78·6 | 192 | 98·4 |
| 79 | 40·3 | 117 | 59·6 | 155 | 79·1 | 193 | 98·9 |
| 80 | 40·8 | 118 | 60·1 | 156 | 79·6 | 194 | 99·4 |
| 81 | 41·3 | 119 | 60·6 | 157 | 80·1 | 195 | 100·0 |
| 82 | 41·8 | 120 | 61·1 | 158 | 80·7 | 196 | 100·5 |
| 83 | 42·3 | 121 | 61·6 | 159 | 81·2 | 197 | 101·0 |

| mg Kupfer | mg Dextrose | mg Kupfer | mg Dextrose | mg Kupfer | mg Dextrose | mg Kupfer | mg Dextrose |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 198 | 101·5 | 236 | 121·7 | 274 | 142·2 | 312 | 163·1 |
| 199 | 102·0 | 237 | 122·3 | 275 | 142·8 | 313 | 163·7 |
| 200 | 102·6 | 238 | 122·8 | 276 | 143·3 | 314 | 164·2 |
| 201 | 103·2 | 239 | 123·4 | 277 | 143·9 | 315 | 164·8 |
| 202 | 103·7 | 240 | 123·9 | 278 | 144·4 | 316 | 165·3 |
| 203 | 104·2 | 241 | 124·4 | 279 | 145·0 | 317 | 165·9 |
| 204 | 104·7 | 242 | 125·0 | 280 | 145·5 | 318 | 166·4 |
| 205 | 105·3 | 243 | 125·5 | 281 | 146·1 | 319 | 167·0 |
| 206 | 105·8 | 244 | 126·0 | 282 | 146·6 | 320 | 167·5 |
| 207 | 106·3 | 245 | 126·6 | 283 | 147·2 | 321 | 168·1 |
| 208 | 106·8 | 246 | 127·1 | 284 | 147·7 | 322 | 168·6 |
| 209 | 107·4 | 247 | 127·6 | 285 | 148·3 | 323 | 169·2 |
| 210 | 107·9 | 248 | 128·1 | 286 | 148·8 | 324 | 169·7 |
| 211 | 108·4 | 249 | 128·7 | 287 | 149·4 | 325 | 170·3 |
| 212 | 109·0 | 250 | 129·2 | 288 | 149·9 | 326 | 170·9 |
| 213 | 109·5 | 251 | 129·7 | 289 | 150·5 | 327 | 171·4 |
| 214 | 110·0 | 252 | 130·3 | 290 | 151·0 | 328 | 172·0 |
| 215 | 110·6 | 253 | 130·8 | 291 | 151·6 | 329 | 172·5 |
| 216 | 111·1 | 254 | 131·4 | 292 | 152·1 | 330 | 173·1 |
| 217 | 111·6 | 255 | 131·9 | 293 | 152·7 | 331 | 173·7 |
| 218 | 112·1 | 256 | 132·4 | 294 | 153·2 | 332 | 174·2 |
| 219 | 112·7 | 257 | 133·0 | 295 | 153·8 | 333 | 174·8 |
| 220 | 113·2 | 258 | 133·5 | 296 | 154·3 | 334 | 175·3 |
| 221 | 113·7 | 259 | 134·1 | 297 | 154·9 | 335 | 175·9 |
| 222 | 114·3 | 260 | 134·6 | 298 | 155·4 | 336 | 176·5 |
| 223 | 114·8 | 261 | 135·1 | 299 | 156·0 | 337 | 177·0 |
| 224 | 115·3 | 262 | 135·7 | 300 | 156·5 | 338 | 177·6 |
| 225 | 115·9 | 263 | 136·2 | 301 | 157·1 | 339 | 178·1 |
| 226 | 116·4 | 264 | 136·8 | 302 | 157·6 | 340 | 178·7 |
| 227 | 116·9 | 265 | 137·3 | 303 | 158·2 | 341 | 179·3 |
| 228 | 117·4 | 266 | 137·8 | 304 | 158·7 | 342 | 179·8 |
| 229 | 118·0 | 267 | 138·4 | 305 | 159·3 | 343 | 180·4 |
| 230 | 118·5 | 268 | 138·9 | 306 | 159·8 | 344 | 180·9 |
| 231 | 119·0 | 269 | 139·5 | 307 | 160·4 | 345 | 181·5 |
| 232 | 119·6 | 270 | 140·0 | 308 | 160·9 | 346 | 182·1 |
| 233 | 120·1 | 271 | 140·6 | 309 | 161·5 | 347 | 182·6 |
| 234 | 120·7 | 272 | 141·1 | 310 | 162·0 | 348 | 183·2 |
| 235 | 121·2 | 273 | 141·7 | 311 | 162·6 | 349 | 183·7 |

| *mg* Dextrose | *mg* Kupfer | *mg* Dextrose | *mg* Kupfer | *mg* Dextrose | *mg* Kupfer | *mg* Dextrose |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 184·3 | 379 | 200·8 | 408 | 217·5 | 437 | 234·5 |
| 184·9 | 380 | 201·4 | 409 | 218·1 | 438 | 235·1 |
| 185·4 | 381 | 202·0 | 410 | 218·7 | 439 | 235·7 |
| 186·0 | 382 | 202·5 | 411 | 219·3 | 440 | 236·3 |
| 186·6 | 383 | 203·1 | 412 | 219·9 | 441 | 236·9 |
| 187·2 | 384 | 203·7 | 413 | 220·4 | 442 | 237·5 |
| 187·7 | 385 | 204·3 | 414 | 221·0 | 443 | 238·1 |
| 188·3 | 386 | 204·8 | 415 | 221·6 | 444 | 238·7 |
| 188·9 | 387 | 205·4 | 416 | 222·2 | 445 | 239·3 |
| 189·4 | 388 | 206·0 | 417 | 222·8 | 446 | 239·8 |
| 190·0 | 389 | 206·5 | 418 | 223·3 | 447 | 240·4 |
| 190·6 | 390 | 207·1 | 419 | 223·9 | 448 | 241·0 |
| 191·1 | 391 | 207·7 | 420 | 224·5 | 449 | 241·6 |
| 191·7 | 392 | 208·3 | 421 | 225·1 | 450 | 242·2 |
| 192·3 | 393 | 208·8 | 422 | 225·7 | 451 | 242·8 |
| 192·9 | 394 | 209·4 | 423 | 226·3 | 452 | 243·4 |
| 193·4 | 395 | 210·0 | 424 | 226·9 | 453 | 244·0 |
| 194·0 | 396 | 210·6 | 425 | 227·5 | 454 | 244·6 |
| 194·6 | 397 | 211·2 | 426 | 228·0 | 455 | 245·2 |
| 195·1 | 398 | 211·7 | 427 | 228·6 | 456 | 245·7 |
| 195·7 | 399 | 212·3 | 428 | 229·2 | 457 | 246·3 |
| 196·3 | 400 | 212·9 | 429 | 229·8 | 458 | 246·9 |
| 196·8 | 401 | 213·5 | 430 | 230.4 | 459 | 247·5 |
| 197·4 | 402 | 214·1 | 431 | 231·0 | 460 | 248·1 |
| 198·0 | 403 | 214·6 | 432 | 231·6 | 461 | 248·7 |
| 198·6 | 404 | 215·2 | 433 | 232·2 | 462 | 249·3 |
| 199·1 | 405 | 215·8 | 434 | 232·8 | 463 | 249·9 |
| 199·7 | 406 | 216·4 | 435 | 233·4 | | |
| 200·3 | 407 | 217·0 | 436 | 233·9 | | |

/as die Dextrin- und Maltose-Bestimmung anbelangt e findet sich dann vor, wenn Malz in Anwendung kam), dieselbe in dem zweiten Abschnitte besprochen werden. ı manchen Industrien kommt es darauf an, zu erfahren, unvergährbare und wieviel vergährbare Stoffe ein ızucker enthält. Die Probe wird einer 24stündigen Ver- g unterworfen. (Über die Anordnung des Versuches siehe ıefe-Untersuchung“.)

Nach Pasteur entspricht ein Theil Kohlendioxyd 2·16 Theilen Traubenzucker.

Zieht man von der Trockensubstanz die auf Traubenzucker berechneten vergährbaren Substanzen mehr der Asche ab, so erhält man die organischen nichtvergährbaren Substanzen.

Die sogenannte polarimetrische Methode ist ungenau, wenn neben Stärkezucker Dextrin vorhanden ist. Reiner Stärkezucker lässt sich zur raschen Controle der gefundenen Resultate polarisieren, jedoch nur unter ganz bestimmten Bedingungen, die von Pohl*) angegeben wurden.

Zur Ausführung der Probe wiegt man am besten 30 *g* Stärkezucker ab, löst ihn in so viel Wasser, dass 100 $cm^3$ Flüssigkeit entstehen, klärt und erhitzt in einem bedeckten Gefässe zum Kochen, das eine Minute dauern soll. Nach erfolgtem raschen Abkühlen auf 15° C. wird am Mitscherlich'schen Saccharimeter das $D$ bestimmt und der Procentgehalt an krystallisiertem Stärkezucker ($St$), eine Flüssigkeitschichte von 200 *mm* Länge vorausgesetzt, nach der Formel:

$$St = 1{\cdot}615 \,.\, D$$

gefunden.

### III. Bestimmung der im Wasser unlöslichen Bestandtheile und mikroskopische Prüfung derselben.

20—30 *g* fein geschabten Stärkezuckers werden gewogen, im Wasser gelöst, der in Wasser unlösliche Rückstand auf ein getrocknetes, im Wägefläschchen gewogenes Filter gebracht, gut mit destilliertem Wasser gewaschen, bei 105° C. getrocknet und abermals im Wägefläschchen nach dem Abkühlen gewogen. Die Gewichtszunahme gibt den im Wasser unlöslichen Rückstand, der dann auf Stärke oder Hülsentheile mikroskopisch zu prüfen ist.

---

## F. Milchzucker-Analyse.

Bei dem aus Molken gewonnenen Milchzucker (nach dem Verfahren von W. Eugling**) wird Folgendes bestimmt:

### I. Wasser- und Aschen-Bestimmung.

Wie bei den andern Zuckerarten durchzuführen.

*) Wiener Akad. Ber. 1856, Bd. XXI.
**) Österr. Landwirtschaftl. Wochenbl. v. 22. Oct. 1881.

## II. Milchzucker-Bestimmung.

Nach F. Soxhlet.

25 *cm*³ Kupfervitriollösung und 25 *cm*³ Seignettesalz-Natronlauge (wie beim Invertzucker angegeben) werden, je nach der Concentration, mit 20—100 *cm*³ Milchzuckerlösung gemischt, das Ganze auf das Volumen von 150 *cm*³ gebracht und 6 Minuten lang im Kochen unterhalten.

Die Berechnung des Milchzuckers aus dem gefundenen Kupfer erfolgt nach der von E. Wein*) berechneten Tabelle (Tabelle Nr. XIII). Diese Tabelle wurde nach den von F. Soxhlet ermittelten Reductionsfactoren berechnet.

### Tabelle Nr. XIII.

| *mg* Kupfer | *mg* Milchzucker | *mg* Kupfer | *mg* Milchzucker | *mg* Kupfer | *mg* Milchzucker | *mg* Kupfer | *mg* Milchzucker | *mg* Kupfer | *mg* Milchzucker |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 100 | 71·6 | 123 | 88·7 | 146 | 105·8 | 169 | 123·2 | 192 | 140·8 |
| 101 | 72·4 | 124 | 89·4 | 147 | 106·6 | 170 | 123·9 | 193 | 141·6 |
| 102 | 73·1 | 125 | 90·1 | 148 | 107·3 | 171 | 124·7 | 194 | 142·3 |
| 103 | 73·8 | 126 | 90·9 | 149 | 108·1 | 172 | 125·5 | 195 | 143·1 |
| 104 | 74·6 | 127 | 91·6 | 150 | 108·8 | 173 | 126·2 | 196 | 143·9 |
| 105 | 75·3 | 128 | 92·4 | 151 | 109·6 | 174 | 127·0 | 197 | 144·6 |
| 106 | 76·1 | 129 | 93·1 | 152 | 110·3 | 175 | 127·8 | 198 | 145·4 |
| 107 | 76·8 | 130 | 93·8 | 153 | 111·1 | 176 | 128·5 | 199 | 146·2 |
| 108 | 77·6 | 131 | 94·6 | 154 | 111·9 | 177 | 129·3 | 200 | 146·9 |
| 109 | 78·3 | 132 | 95·3 | 155 | 112·6 | 178 | 130·1 | 201 | 147·7 |
| 110 | 79·0 | 133 | 96·1 | 156 | 113·4 | 179 | 130·8 | 202 | 148·5 |
| 111 | 79·8 | 134 | 96·9 | 157 | 114·1 | 180 | 131·6 | 203 | 149·2 |
| 112 | 80·5 | 135 | 97·6 | 158 | 114·9 | 181 | 132·4 | 204 | 150·0 |
| 113 | 81·3 | 136 | 98·3 | 159 | 115·6 | 182 | 133·1 | 205 | 150·7 |
| 114 | 82·0 | 137 | 99·1 | 160 | 116·4 | 183 | 133·9 | 206 | 151·5 |
| 115 | 82·7 | 138 | 99·8 | 161 | 117·1 | 184 | 134·7 | 207 | 152·2 |
| 116 | 83·5 | 139 | 100·5 | 162 | 117·9 | 185 | 135·4 | 208 | 153·0 |
| 117 | 84·2 | 140 | 101·3 | 163 | 118·6 | 186 | 136·2 | 209 | 153·7 |
| 118 | 85·0 | 141 | 102·0 | 164 | 119·4 | 187 | 137·0 | 210 | 154·5 |
| 119 | 85·7 | 142 | 102·8 | 165 | 120·2 | 188 | 137·7 | 211 | 155·2 |
| 120 | 86·4 | 143 | 103·5 | 166 | 120·9 | 189 | 138·5 | 212 | 156·0 |
| 121 | 87·2 | 144 | 104·3 | 167 | 121·7 | 190 | 139·3 | 213 | 156·7 |
| 122 | 87·9 | 145 | 105·1 | 168 | 122·4 | 191 | 140·0 | 214 | 157·5 |

*) Wein, Zuckertabellen.

| *mg* Kupfer | *mg* Milchzucker | *mg* Kupfer | *mg* Milchzucker | *mg* Kupfer | *mg* Milchzucker | *mg* Kupfer | *mg* Milchzucker | *mg* Kupfer | *mg* Milchzucker |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 215 | 158·2 | 253 | 187·1 | 291 | 217·1 | 329 | 247·0 | 367 | 277·9 |
| 216 | 159·0 | 254 | 187·9 | 292 | 217·9 | 330 | 247·7 | 368 | 278·8 |
| 217 | 159·7 | 255 | 188·7 | 293 | 218·7 | 331 | 248·5 | 369 | 279·6 |
| 218 | 160·4 | 256 | 189·4 | 294 | 219·5 | 332 | 249·2 | 370 | 280·5 |
| 219 | 161·2 | 257 | 190·2 | 295 | 220·3 | 333 | 250·0 | 371 | 281·4 |
| 220 | 161·9 | 258 | 191·0 | 296 | 221·1 | 334 | 250·8 | 372 | 282·2 |
| 221 | 162·7 | 259 | 191·8 | 297 | 221·9 | 335 | 251·6 | 373 | 283·1 |
| 222 | 163·4 | 260 | 192·5 | 298 | 222·7 | 336 | 252·5 | 374 | 283·9 |
| 223 | 164·2 | 261 | 193·3 | 299 | 223·5 | 337 | 253·3 | 375 | 284·8 |
| 224 | 164·9 | 262 | 194·1 | 300 | 224·4 | 338 | 254·1 | 376 | 285·7 |
| 225 | 165·7 | 263 | 194·9 | 301 | 225·2 | 339 | 254·9 | 377 | 286·5 |
| 226 | 166·4 | 264 | 195·7 | 302 | 225·9 | 340 | 255·7 | 378 | 287·4 |
| 227 | 167·2 | 265 | 196·4 | 303 | 226·7 | 341 | 256·5 | 379 | 288·2 |
| 228 | 167·9 | 266 | 197·2 | 304 | 227·5 | 342 | 257·4 | 380 | 289·1 |
| 229 | 168·6 | 267 | 198·0 | 305 | 228·3 | 343 | 258·2 | 381 | 289·9 |
| 230 | 169·4 | 268 | 198·8 | 306 | 229·1 | 344 | 259·0 | 382 | 290·8 |
| 231 | 170·1 | 269 | 199·5 | 307 | 229·8 | 345 | 259·8 | 383 | 291·7 |
| 232 | 170·9 | 270 | 200·3 | 308 | 230·6 | 346 | 260.6 | 384 | 292.5 |
| 233 | 171·6 | 271 | 201·1 | 309 | 231·4 | 347 | 261·4 | 385 | 293·4 |
| 234 | 172·4 | 272 | 201·9 | 310 | 232·2 | 348 | 262·3 | 386 | 294·2 |
| 235 | 173·1 | 273 | 202·7 | 311 | 232·9 | 349 | 263·1 | 387 | 295·1 |
| 236 | 173·9 | 274 | 203·5 | 312 | 233·7 | 350 | 263·9 | 388 | 296·0 |
| 237 | 174·6 | 275 | 204·3 | 313 | 234·5 | 351 | 264·7 | 389 | 296·8 |
| 238 | 175·4 | 276 | 205·1 | 314 | 235·3 | 352 | 265·5 | 390 | 297·7 |
| 239 | 176·2 | 277 | 205·9 | 315 | 236·1 | 353 | 266·3 | 391 | 298·5 |
| 240 | 176·9 | 278 | 206·7 | 316 | 236·8 | 354 | 267·2 | 392 | 299·4 |
| 241 | 177.7 | 279 | 207·5 | 317 | 237·6 | 355 | 268·0 | 393 | 300·3 |
| 242 | 178·5 | 280 | 208·3 | 318 | 238·4 | 356 | 268·8 | 394 | 301·1 |
| 243 | 179·3 | 281 | 209·1 | 319 | 239·2 | 357 | 269·6 | 395 | 302·0 |
| 244 | 180·1 | 282 | 209·9 | 320 | 240·0 | 358 | 270·4 | 396 | 302·8 |
| 245 | 180·8 | 283 | 210·7 | 321 | 240·7 | 359 | 271·2 | 397 | 303·7 |
| 246 | 181·6 | 284 | 211·5 | 322 | 241·5 | 360 | 272·1 | 398 | 304·6 |
| 247 | 182·4 | 285 | 212·3 | 323 | 242·3 | 361 | 272·9 | 399 | 305.4 |
| 248 | 183·2 | 286 | 213·1 | 324 | 243·1 | 362 | 273·7 | 400 | 306·3 |
| 249 | 184·0 | 287 | 213·9 | 325 | 243·9 | 363 | 274·5 | | |
| 250 | 184·8 | 288 | 214·7 | 326 | 244·6 | 364 | 275·3 | | |
| 251 | 185·5 | 289 | 215·5 | 327 | 245·4 | 365 | 276·2 | | |
| 252 | 186·3 | 290 | 216·3 | 328 | 246·2 | 366 | 277·1 | | |

# G. Most-Analyse.

Die Untersuchung des Mostes auf Säure und Zucker gibt einen Fingerzeig zur Beurtheilung von Weinen der betreffenden Jahrgänge, ferner die Grundlage zum sogenannten Gallisieren*) der Weine etc.

Man führt bei der Most-Analyse die nachstehenden Bestimmungen aus:

## I. Dichten-Bestimmung.

Der Traubensaft wird mittelst Seihen durch ein Leinwandsäckchen oder durch Filtration von den im Moste schwebenden Balgtheilchen befreit. Die Dichtenbestimmung geschieht mit einem Aræometer, wobei so weit als möglich die Normaltemperatur desselben einzuhalten ist. Bei grösseren Temperatur-Unterschieden muss man eine Correction der direct abgelesenen Dichte ($D$) vornehmen. Bedeuten: $S$ die unmittelbar bestimmte Dichte, $dt$ den Unterschied zwischen der Normaltemperatur des Aræometers und der durch ein Thermometer ermittelten des Traubensaftes in Graden Celsius, so wird (nach Pohl) hinreichend genau die corrigierte Dichte gleich:

$$D \pm 0{\cdot}00009\ dt.$$

In dieser Formel gilt das Zeichen Plus, wenn die beobachtete Temperatur grösser als die Normaltemperatur ist, im entgegengesetzten Falle das Minus-Zeichen.

Die Dichte kann man auch in Saccharometerprocente umsetzen oder direct mit dem Saccharometer ermitteln.

Es gibt auch eigens construierte Mostwagen, mittelst welcher man angeblich den Zuckergehalt findet. Alle diese Instrumente sind jedoch, wenn auch zur Vergleichung mehrerer Moste brauchbar, durchaus nicht zur Zuckerbestimmung zu verwenden, da im Traubensafte noch eine Reihe anderer Stoffe, zum Theil in namhafter Menge vorkommen, welche alle die Dichte beeinflussen.

## II. Extract- und Aschen-Bestimmung.

20—30 *g* Traubensaft werden in einer Platinschale abgewogen, zunächst auf dem Wasserbade eingedampft, dann bei 105° C. getrocknet und gewogen.

---

*) Pohl, Behelfe zum Gallisieren der Weine.

Die Trockensubstanz wird vorsichtig verkohlt, eingeäschert und die erhaltene Asche gewogen.

### III. Zucker-Bestimmung.

Der in dem Moste enthaltene Zucker ist ein Gemisch von Levulose und Dextrose. Während bei den unreifen Trauben die Dextrose in grösserer Menge als die Levulose vorhanden ist, so ist bei reifen das Mengenverhältnis nahezu gleich der Einheit. — Man berechnet jedoch den Zucker zumeist nur auf Dextrose, sogenannten Traubenzucker.

Zur Zucker-Bestimmung wird, um das Gerinnen der Eiweisstoffe herbeizuführen, der Most auf circa 80° erwärmt, klar filtriert, das eventuell verdampfte Wasser wieder ersetzt und genau so, wie bei der Stärkezucker-Bestimmung nach Allihn angegeben wurde, verfahren.

### IV. Säure-Bestimmung.

Die Säuremenge wird mit $\frac{n}{10}$ Normal-Natronlösung bestimmt, wobei man Lackmustinctur oder, nach Pohl,*) Blauholzextract von der Dichte 1·036 als Wächter benützt und den Most sehr stark verdünnt.

Beim Blauholz gibt sich die Neutralisation dadurch kund, dass die gelbe Farbe des Wächters in die violette übergeht. — Die Säuremenge wird als wasserfreie Weinsäure ($C_4\ H_4\ O_5$), auf 100 Gewichtstheile bezogen, angegeben.

### V. Stickstoff-Bestimmung.

Diese Bestimmung wird wie beim Weine durchgeführt. (Siehe dort.)

---

## H. Spodium-Analyse.

Da die Knochenkohle in ausgedehntem Masstabe zum Zwecke der Reinigung der verschiedenen Zuckerarten Verwendung findet, so soll die Untersuchung des Spodiums in diesem Abschnitte besprochen werden.

---

*) Behelfe zum Gallisieren der Weine.

## I. Bestimmung des Wassers.

Durch Trocknen von 8—10 *g* Spodium in einem Wägefläschchen bei 110° C. ist die Feuchtigkeit zu bestimmen.

## II. Bestimmung der Kohle und des Sandes.

Um diese beiden Bestandtheile zu bestimmen, werden circa 8—10 *g* fein zerriebene Knochenkohle mit etwas Wasser befeuchtet, mit 50 $cm^3$ conc. Salzsäure übergossen und das Becherglas mit einer Glasschale bedeckt. Ist die Kohlensäure-Entwicklung vorüber, so erwärmt man und kocht längere Zeit (20 Minuten); hiedurch werden die in Salzsäure löslichen Stoffe ausgezogen.

Den Rückstand sammelt man auf einem getrockneten, vorher mit Salzsäure und Wasser gewaschenen Filter, welches in einem Wägefläschchen gewogen wurde, der Rückstand wird mit heissem Wasser solange gewaschen, bis das Filtrat nicht mehr sauer reagiert und Silbernitrat keine Fällung mehr bewirkt.

Das Filter sammt Rückstand wird hierauf bei 110° C. getrocknet und nach Erlangung eines constanten Gewichtes gewogen; derselbe wird als Kohle mehr Sand angegeben. Äschert man diesen Rückstand in einem Tiegel ein, so erhält man dadurch den Sand und durch Subtraction seines Gewichtes von der Summe aus Kohle und Sand die Kohle allein.

Selbstverständlich kann auch der in Salzsäure unlösliche, dann eingeäscherte Rückstand weiter untersucht werden, wobei man wie bei den Aschen-Analysen vorzugehen hat.

## III. Untersuchung des Filtrates.

Das Filtrat des Salzsäure-Rückstandes wird auf ein bestimmtes Volumen gebracht (z. B. 500 $cm^3$).

Von dieser Lösung nimmt man aliquote Theile zu nachfolgenden Bestimmungen:

### *a) Schwefelsäure-Bestimmung.*

100 $cm^3$ des Filtrates werden zum Sieden erhitzt und die Schwefelsäure mit heissem Chlorbarium gefällt. Nach dem Absitzen des Niederschlages giesst man die klare Lösung durch

ein Filter, kocht den Niederschlag mit verdünnter Salzsäure aus, filtriert neuerdings und wäscht den auf das Filter gebrachten Niederschlag gut mit heissem Wasser, trocknet denselben, glüht und wiegt ihn aus. Nach Abzug der Filterasche erhält man das Bariumsulfat, woraus die Schwefelsäure oder das ihr entsprechende Calciumsulfat berechnet werden kann.

### *b) Bestimmung der Phosphorsäure, des Eisen- und Aluminium-Oxyds und des Calcium- und Magnesium-Oxyds.*

100 $cm^3$ des Filtrates werden mit Ammoniak gefällt und der entstandene Niederschlag in Essigsäure wieder aufgelöst.

Die klare Lösung wird mit essigsaurem Bleioxyd versetzt und das gefällte phosphorsaure Blei auf dem Filter gut ausgewaschen. Das Filtrat wird zur weiteren Untersuchung aufgehoben. Man versetzt schliesslich den Niederschlag mit Schwefelammonium und fällt in der vom Schwefelblei ablaufenden Flüssigkeit, nach vorheriger Entfernung des überschüssigen Schwefelammoniums, die Phosphorsäure mittelst Magnesia-Mixtur. Diese Fällung wird nun längere Zeit stehen gelassen, abfiltriert, der krystallinische Niederschlag mit ammoniakhältigem Wasser so lange ausgewaschen, bis das Waschwasser nach Zusatz von salzsaurem Chlorbarium nicht mehr getrübt wird.

Das Filtrum wird hierauf mit seinem Inhalt getrocknet, eingeäschert, geglüht und die pyrophosphorsaure Magnesia ($Mg_2\ P_2\ O_7$) gewogen; aus dem Gewichte derselben wird die Phosphorsäure berechnet.

In das Filtrat von phosphorsaurem Bleioxyd wird Schwefelwasserstoffgas zur Fällung des Bleies eingeleitet, das Schwefelblei abfiltriert und gut gewaschen.

Aus dem Filtrate wird durch Erhitzen der Schwefelwasserstoff ausgetrieben und nachdem man, um die Oxydation hervorzurufen, einige Tropfen Salpetersäure zugesetzt hat, wird mit Ammoniak (Eisen- und Aluminium-Hydroxyd) gefällt, abfiltriert und gewaschen; der Niederschlag in etwas Salzsäure gelöst und neuerdings mit Ammoniak ausgeschieden, das Filtrat hievon zu obigem hinzugegeben.

Der Eisen-Thonerde-Niederschlag wird getrocknet, geglüht und gewogen.

Entweder werden beide in Summe als Eisen- und Aluminium-Oxyd angegeben, was meist genügt, da die Menge beider in reinem Spodium gering ist, oder man schliesst mit saurem schwefelsaurem Kaliumsulfat in einem Platintiegel auf

löst die Schmelze im Wasser, reduciert mit Wasserstoff und titriert das Eisenoxydul mit Chamäleon, rechnet es auf Eisenoxyd um und zieht dieses Resultat von der gefundenen Summe aus $Al_2 O_3 + Fe_2 O_3$ ab; auf diese Weise erhält man das Aluminiumoxyd.

In den vereinigten Filtraten der Ammoniakfällung wird Calcium mit Oxalsäure und Ammoniak gefällt und im Filtrate Magnesiumoxyd mit phosphorsaurem Natron und Ammoniak als phosphorsaure Ammonmagnesia ausgeschieden. Wie dabei vorgegangen wird, ist als bekannt vorausgesetzt. (Fresenius, Quantitative Analyse.)

*c) Bestimmung der Alkalien.*

100 $cm^3$ des Filtrates von (II.) werden in einer Schale mit etwas Schwefelsäure bis zur Trockene eingedampft, der Rückstand ist in Wasser aufzunehmen, die Lösung mit Ammoniak, oxalsaurem und kohlensaurem Ammon zu versetzen, der Niederschlag abzufiltrieren und zu waschen. Das Filtrat wird nun eingeengt, mit Ammoniak versetzt, bis zur Trockene eingedampft; nach dem Aufnehmen in Wasser wird filtriert und gewaschen. Das Filtrat wird in einer gewogenen Platinschale eingedampft, hierauf vorsichtig, um ein Verspritzen zu vermeiden, zur Vertreibung der Ammonsalze erhitzt und dann erst die Hitze bis zur schwachen Rothgluth gesteigert; die schwefelsauren Alkalien werden nach dem Erkalten gewogen.

Man überzeugt sich, ob die Alkalien rein sind, indem man sie in etwas Wasser löst. Bei der Auflösung darf kein Rückstand bleiben; sollte dies der Fall sein, so muss man neuerdings von demselben abfiltrieren, das Filtrat eindampfen, glühen und wägen. Aus den schwefelsauren Alkalien kann man die Summe des Kalium- und Natrium-Oxydes leicht berechnen.

Will man jedoch dieselben trennen, so kann man die indirecte Methode anwenden, indem man eine Schwefelsäure-Bestimmung in den schwefelsauren Alkalien ausführt. Mit Benützung nachfolgender Gleichungen lässt sich die Menge des Kalium- und Natrium-Oxydes berechnen:

$$Na_2 O = x; \quad K_2 O = y$$

$$Na_2 SO_4 + K_2 SO_4 = a$$

$$SO_3 = b$$

$$\overline{Na_2 O + K_2 O = a - b}$$

$$\begin{cases} x + y = a - b \\ \frac{80}{62} x + \frac{80}{94 \cdot 2} = b. \end{cases}$$

**Tabell**

Bei den Temper

| Ab-gelesenes Volumen | 12 Grad | 13 Grad | 14 Grad | 15 Grad | 16 Grad | 17 Grad | 18 Grad | 19 Grad |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 0·80 | 0·80 | 0·79 | 0·79 | 0·79 | 0·78 | 0·78 | 0·77 |
| 2 | 1·88 | 1·87 | 1·86 | 1·86 | 1·85 | 1·84 | 1·83 | 1·82 |
| 3 | 2·95 | 2·94 | 2·92 | 2·91 | 2·90 | 2·89 | 2·87 | 2·86 |
| 4 | 4·01 | 4·00 | 3·98 | 3·96 | 3·94 | 3·93 | 3·91 | 3·89 |
| 5 | 5·07 | 5·05 | 5·03 | 5·00 | 4·98 | 4·96 | 4·93 | 4·91 |
| 6 | 6·11 | 6·09 | 6·06 | 6·03 | 6·01 | 5·98 | 5·95 | 5·92 |
| 7 | 7·14 | 7·12 | 7·09 | 7·06 | 7·02 | 6·99 | 6·96 | 6·92 |
| 8 | 8·17 | 8·14 | 8·11 | 8·07 | 8·03 | 8·00 | 7·96 | 7·92 |
| 9 | 9·19 | 9·16 | 9·12 | 9·07 | 9·03 | 8·99 | 8·95 | 8·90 |
| 10 | 10·20 | 10·16 | 10·12 | 10·07 | 10·02 | 9·98 | 9·93 | 9·88 |
| 11 | 11·20 | 11·15 | 11·10 | 11·05 | 11·00 | 10·95 | 10·89 | 10·84 |
| 12 | 12·20 | 12·15 | 12·09 | 12·03 | 11·98 | 11·92 | 11·87 | 11·81 |
| 13 | 13·20 | 13·14 | 13·08 | 13·02 | 12·96 | 12·90 | 12·84 | 12·78 |
| 14 | 14·20 | 14·14 | 14·07 | 14·01 | 13·94 | 13·88 | 13·81 | 13·75 |
| 15 | 15·20 | 15·13 | 15·06 | 14·97 | 14·92 | 14·85 | 14·78 | 14·71 |
| 16 | 16·20 | 16·13 | 16·05 | 15·98 | 15·91 | 15·83 | 15·76 | 15·68 |
| 17 | 17·20 | 17·12 | 17·04 | 16·97 | 16·89 | 16·81 | 16·73 | 16·66 |
| 18 | 18·20 | 18·12 | 18·03 | 17·95 | 17·87 | 17·79 | 17·70 | 17·62 |
| 19 | 19·20 | 19·11 | 19·03 | 18·94 | 18·85 | 18·76 | 18·67 | 18·59 |
| 20 | 20·20 | 20·11 | 20·02 | 19·93 | 19·83 | 19·74 | 19·65 | 19·55 |
| 21 | 21·20 | 21·10 | 21·01 | 20·91 | 20·81 | 20·72 | 20·62 | 20·52 |
| 22 | 22·20 | 22·10 | 22·00 | 21·90 | 21·80 | 21·70 | 21·59 | 21·49 |
| 23 | 23·20 | 23·09 | 22·99 | 22·88 | 22·78 | 22·67 | 22·56 | 22·46 |
| 24 | 24·20 | 24·09 | 23·98 | 23·87 | 23·76 | 23·65 | 23·54 | 23·43 |
| 25 | 25·20 | 25·08 | 24·97 | 24·86 | 24·74 | 24·63 | 24·51 | 24·39 |

*Bemerkung zu den vorherigen Bestimmungen.*

Die Phosphorsäure kann selbstverständlich auch in salpetersaurer Lösung mit Molybdänlösung gefällt, nach dem Auflösen des Niederschlages in Ammoniak mit Magnesiamixtur als phosphorsaure Ammon-Magnesia ausgeschieden und als pyrophosphorsaure Magnesia gewogen werden.

Verfährt man nicht wie früher gezeigt wurde, so müsste man das Eisen und die Thonerde nach der Acetatmethode

## r. XIV.

ren (nach Cels.)

| 1 ad | 22 Grad | 23 Grad | 24 Grad | 25 Grad | 26 Grad | 27 Grad | 28 Grad | 29 Grad | 30 Grad |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ·77 | 0·76 | 0·76 | 0·76 | 0·75 | 0·75 | 0·74 | 0·74 | 0·73 | 0·73 |
| ·80 | 1·79 | 1·79 | 1·78 | 1·77 | 1·76 | 1·75 | 1·74 | 1·73 | 1·72 |
| ·83 | 2·82 | 2·80 | 2·79 | 2·77 | 2·76 | 2·74 | 2·73 | 2·72 | 2·71 |
| ·85 | 3·83 | 3·81 | 3·79 | 3·77 | 3·75 | 3·73 | 3·71 | 3·70 | 3·68 |
| ·86 | 4·84 | 4·81 | 4·79 | 4·76 | 4·74 | 4·71 | 4·69 | 4·67 | 4·65 |
| ·86 | 5·83 | 5·81 | 5·78 | 5·75 | 5·71 | 5·68 | 5·65 | 5·63 | 5·61 |
| ·86 | 6·82 | 6·79 | 6·75 | 6·72 | 6·68 | 6·65 | 6·61 | 6·58 | 6·56 |
| ·84 | 7·80 | 7·76 | 7·72 | 7·68 | 7·64 | 7·60 | 7·56 | 7·53 | 7·49 |
| ·82 | 8·77 | 8·73 | 8·68 | 8·64 | 8·59 | 8·55 | 8·50 | 8·46 | 8·42 |
| ·79 | 9·73 | 9·68 | 9·63 | 9·58 | 9·53 | 9·48 | 9·43 | 9·39 | 9·34 |
| ·74 | 10·68 | 10·63 | 10·57 | 10·52 | 10·46 | 10·41 | 10·35 | 10·30 | 10·25 |
| ·69 | 11·64 | 11·58 | 11·52 | 11·46 | 11·40 | 11·33 | 11·27 | 11·22 | 11·16 |
| ·65 | 12·59 | 12·53 | 12·46 | 12·40 | 12·33 | 12·26 | 12·20 | 12·14 | 12·07 |
| ·61 | 13·54 | 13·48 | 13·41 | 13·34 | 13·26 | 13·19 | 13·12 | 13·05 | 12·99 |
| ·57 | 14·50 | 14·42 | 14·35 | 14·27 | 14·20 | 14·12 | 14·04 | 13·97 | 13·90 |
| ·53 | 15·45 | 15·37 | 15·29 | 15·21 | 15·13 | 15·05 | 14·97 | 14·89 | 14·81 |
| ·49 | 16·41 | 16·32 | 16·24 | 16·15 | 16·07 | 15·94 | 15·89 | 15·81 | 15·72 |
| ·45 | 17·36 | 17·27 | 17·18 | 17·09 | 17·00 | 16·91 | 16·82 | 16·73 | 16·63 |
| ·40 | 18·31 | 18·22 | 18·13 | 18·03 | 17·94 | 17·84 | 17·74 | 17·64 | 17·55 |
| ·36 | 19.27 | 19·17 | 19·07 | 18·97 | 18·87 | 18·77 | 18·66 | 18·56 | 18·46 |
| ·32 | 20·22 | 20·12 | 20·01 | 19·91 | 19·80 | 19·70 | 19·59 | 19·48 | 19·37 |
| ·28 | 21·17 | 21·07 | 20·96 | 20·85 | 20·74 | 20·63 | 20·51 | 20·40 | 20·28 |
| ·24 | 22·13 | 22·02 | 21·90 | 21·79 | 21·67 | 21·55 | 21·44 | 21·31 | 21·20 |
| ·20 | 23·08 | 22·97 | 22·85 | 22·73 | 22·61 | 22·48 | 22·36 | 22·33 | 22·11 |
| ·16 | 24·04 | 23·91 | 23·79 | 23·67 | 23·54 | 23·41 | 23·28 | 23·15 | 23·02 |

fällen. Da jedoch die Phosphorsäure in grossem Überschusse gegen Eisen und Thonerde vorhanden ist, so würde das phosphorsaure Calcium (Magnesium) mit ausfallen. Man muss daher ein bestimmtes Volumen Eisenchloridlösung von bekanntem Gehalte hinzufügen, und zwar mindestens in der der Phosphorsäure äquivalenten Menge, was leicht berechnet werden kann, wenn man im Spodium circa 80 Procente phosphorsaures Calcium annimmt. Jedenfalls ist es besser, einen geringen Überschuss zu nehmen. Die Acetatfällung wird in

**Tabelle**

| Abgelesenes, um 0·8 vergrössertes Volumen (n + 0·8) | Gewicht der Kohlensäure (in Grammen) bei 760 | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 14 Grad g | 15 Grad g | 16 Grad g | 17 Grad g | 18 Grad g | 19 Grad g | 20 Gr g |
| 1 | 0·007412 | 0·007378 | 0·007344 | 0·007310 | 0·007275 | 0·007241 | 0·007 |
| 2 | 0·014824 | 0·014756 | 0·014688 | 0·014620 | 0·014551 | 0·014481 | 0·014 |
| 3 | 0·022236 | 0·022134 | 0·022032 | 0·021930 | 0·021826 | 0·021722 | 0·021 |
| 4 | 0·029648 | 0·029513 | 0·029377 | 0·029240 | 0·029102 | 0·028962 | 0·028 |
| 5 | 0·037060 | 0·036891 | 0·036721 | 0·036549 | 0·036377 | 0·036203 | 0·036 |
| 6 | 0·044472 | 0·044269 | 0·044065 | 0·043859 | 0·043652 | 0·043444 | 0·043 |
| 7 | 0·051884 | 0·051647 | 0·051409 | 0·051169 | 0·050928 | 0·050684 | 0·050 |
| 8 | 0·059295 | 0·059025 | 0·058753 | 0·058479 | 0·058203 | 0·057925 | 0·057 |
| 9 | 0·066707 | 0·066403 | 0·066097 | 0·065789 | 0·065478 | 0·065165 | 0·064 |
| 10 | 0·074119 | 0·073781 | 0·073441 | 0·073099 | 0·072754 | 0·072406 | 0·072 |
| 20 | 0·148239 | 0·147563 | 0·146883 | 0·146198 | 0·145508 | 0·144812 | 0·144 |

Salzsäure gelöst, mit Ammoniak gefällt und wie bekannt damit verfahren.

Hier wiegt man $Fe_2\,O_3 + Al_2\,O_3 + P_2\,O_5$ zusammen aus. Die Phosphorsäure muss, nachdem sie in einer gesonderten Partie bestimmt wurde, vermehrt um die zugesetzte Eisenmenge ($Fe_2\,O_3$), abgezogen werden, um das Gewicht des im Spodium enthaltenen Eisen- und Alluminium-Oxyds zu erhalten.

## IV. Kohlensäure-Bestimmung.

Die Kohlensäure-Bestimmung wird entweder mit dem Will-Fresenius-Apparate, in den Fabriken zumeist mit dem Scheibler'schen Apparate durchgeführt. (Fresenius, Quantitative Analyse I. 453.)

Es wird der Stand der Wassersäule im cubicierten Rohre am Ende des Versuches beobachtet, ferner die Temperatur und der Barometerstand.

Die Tabelle Nr. XIV. (Seite 50/51) enthält in ihrer ersten Spalte die Zahlen 1—25, welche den Zahlen an der Scala der Röhre entsprechen. Mit diesen Zahlen correspondieren in den folgenden Verticalspalten die zu suchenden Kalkprocente für Temperaturen von 12° bis 30° C. Hat man z. B. bei 16° C.

**r. XV.**

ruck und den Temperaturen (nach Celsius)

| Grad $g$ | 22 Grad $g$ | 23 Grad $g$ | 24 Grad $g$ | 25 Grad $g$ | 26 Grad $g$ | 27 Grad $g$ | 28 Grad $g$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 7170 | 0·007134 | 0·007098 | 0·007062 | 0·007025 | 0·006987 | 0·006950 | 0·006911 |
| 4310 | 0·014269 | 0·014196 | 0·014123 | 0·014050 | 0·013975 | 0·013899 | 0·013822 |
| 21510 | 0·021403 | 0·021295 | 0·021185 | 0·021074 | 0·020962 | 0·020849 | 0·020733 |
| 28680 | 0·028537 | 0·028393 | 0·028247 | 0·028099 | 0·027950 | 0·027798 | 0·027645 |
| 5851 | 0·035672 | 0·035491 | 0·035309 | 0·035124 | 0·034937 | 0·034748 | 0·034556 |
| 3021 | 0·042806 | 0·042589 | 0·042370 | 0·042149 | 0·041924 | 0·041697 | 0·041467 |
| 0191 | 0·049941 | 0·049688 | 0·049432 | 0·049173 | 0·048912 | 0·048647 | 0·048378 |
| 7361 | 0·057075 | 0·056786 | 0·056494 | 0·056198 | 0·055899 | 0·055596 | 0·055289 |
| 4531 | 0·064209 | 0·063884 | 0·063555 | 0·063223 | 0·062886 | 0·062546 | 0·062200 |
| 1701 | 0·071344 | 0·070982 | 0·070617 | 0·070248 | 0·069874 | 0·069495 | 0·069111 |
| 3402 | 0·142687 | 0·141965 | 0·141234 | 0·140495 | 0·139748 | 0·138990 | 0·138223 |

an der Scala die Zahl 9 gefunden, so entsprechen diese einem Gehalte von 9·03 % kohlensaurer Kalkerde. Die Werte für $^1/_{10}$ Grade findet man einfach durch Verrückung des Punktes von rechts nach links um eine Stelle.

Für 7·8 bei 14° C. z. B. findet man 7·09 + 0·81 = 7·90.

Benützt man den Apparat zur Bestimmung der an verschiedene Basen gebundenen Kohlensäure, deren Gewicht $A$ sei, dann kann man mit Benützung nachfolgender Gleichung aus dem abgelesenen Volumen dasselbe wie folgt finden:

$$A = \frac{4\ (m + 0{\cdot}8)\ 0{\cdot}00198\ (b - s)}{(1 + 0{\cdot}0037\,.\,t)\ 760}$$

$m$ das an der Scala abgelesene Volum Kohlensäure,
$b$ der beobachtete Barometerstand in $mm$,
$t$ die Temperatur nach Celsius,
$s$ die Tension des Wasserdampfes bei dieser Temperatur,
0·8 das constante Volumen von Kohlensäure, welches sich durch Absorption der Beobachtung entzieht.

Für technische Untersuchungen kann man die Barometerschwankungen vernachlässigen und die hiernach berechnete Tabelle (Tabelle Nr. XV.) zur directen Ablesung des Gewichtes der Kohlensäure aus dem abgelesenen Volumen benützen.

[illegible] man nun [illegible] g Spodium in Arbeit genommen und $n =$ [illegible] gefunden, so ist $n -$ [illegible] $=$ [illegible], welche man in der Tabelle Verhältniszahl [illegible] findet [illegible] $=$ [illegible] Kohlensäure.

## V. Chlor-Bestimmung.

Eine gewogene Menge fein zerriebenes Spodium (etwa [illegible] g) wird mit Salpetersäure behandelt, filtriert, gut gewaschen und im Filtrate die Chlor-Bestimmung auf bekannte Weise ausgeführt.

## VI. Stickstoffgehalt-Bestimmung.

Da auf den Stickstoffgehalt der Knochenkohle grosser Wert gelegt wird, so ist der Stickstoff entweder nach der Will-Varrentrapp oder Kjeldahl'schen Methode zu bestimmen. Fresenius II [illegible]. Siehe auch Analyse der [illegible].

## VII. Mikroskopische Prüfung.

Zur Erkennung der Verunreinigungen und zur Beurteilung der Struktur des Spodiums ist die Prüfung unter dem Mikroskope unerlässlich.

## Schlussbemerkungen.

Die Angabe der Resultate erfolgt entweder nach den Analysenergebnissen, oder man rechnet dieselben um und zwar auf Prozente:

| | |
|---|---|
| Wasser | Magnesiumphosphat. |
| Sand | Eisenoxyd. |
| Calciumcarbonat | Thonerde. |
| Calciumsulfat | Alkalichloride. |
| Calciumphosphat | Schwefel etc. |

Der Schwefel wird nur dann bestimmt, wenn die Kohle durch [illegible] verunreinigt ist. Die Bestimmung wird nach [illegible] Fresenius II [illegible] durchgeführt.

Auch die Kohlensäure-Bestimmung muss dann etwas abgeändert werden, da sonst der Kohlensäuregehalt zu hoch gefunden werden könnte. Man versetzt bei Benützung des Will-Fresenius'schen Apparates die zur Zersetzung angewandte Salzsäure mit Kupferchlorid.

## Zweiter Abschnitt.

---

# A. Untersuchung der Getreidearten, des Mehles, der stärkehältigen Futtermaterialien etc.

Bei diesen Producten sind folgende Bestimmungen vorzunehmen:

### I. Wasser- und Aschen-Bestimmung.

Der Wassergehalt wird durch Trocknen (bei 105° C.) einer gewogenen zerkleinerten Menge des Materials bestimmt.

Die Trockensubstanz wird zur Einäscherung verwendet. Da sich Substanzen, wie Mais, Hafer, Mehl etc. sehr schwer einäschern lassen, so muss man dieselben in kleinen Partien in einem Porzellan- oder Nickel-Tiegel verbrennen. Platintiegel sind zufolge des hohen Phosphorgehaltes der Getreidearten nicht anzuwenden, da dieselben Schaden leiden könnten.

### II. Eiweiss-Bestimmung.

Der Albunimgehalt der Getreidearten etc. wird derart bestimmt, dass man zunächst den Stickstoffgehalt der Substanz ermittelt.

Der organische Stickstoff wird entweder *a)* nach Will-Varrentrapp oder *b)* neuerer Zeit nach Kjeldahl bestimmt. (Fresenius, Quant. Analyse, II. Bd., S. 731.)



*Fig. 6.*

### *a) Will-Varrentrapp'sche Methode.*

Diese Methode — eine Verbrennung mit Natronkalk — gibt, wenn sorgfältig gearbeitet wird, die Röhre *R* (*Fig. 6*) nicht zu lang ist und die Temperatur nicht zu hoch steigt, ganz gute Resultate.

Es ist bei dieser Methode noch zu bemerken, dass sie zur Bestimmung des Stickstoffes in Nitro-, Nitroso-, Azo- und Diazo-Verbindungen nicht anwendbar ist.

Will man den gesammten Stickstoff ganz genau ermitteln, so ist die Methode von Dumas (Fresenius II. 55) in Anwendung zu bringen; bei derselben wird das fein zerkleinerte Material mit Kupferoxyd verbrannt und der Stickstoff volumetrisch gemessen.

Hat man den Stickstoff gefunden, dann rechnet man auf Proteïn-Substanz derart um, dass man die Stickstoffmenge mit 6·25 multipliciert. Diese Rechnung auf Eiweiss-Substanz ist nicht ganz richtig, da manche Materialien, wie Rüben, Ammoniak- und Salpeter-Verbindungen enthalten; ausserdem ist die Berechnung der Eiweiss-Substanz insoferne nicht genau, als die Futtermaterialien einen Theil des Stickstoffs in Form von Verbindungen enthalten, welche amidartigen Charakter besitzen, aber dennoch auf Eiweiss-Substanz berechnet werden.

### *b) Kjeldahl'sche Methode.*

Nach A. Devarda.*)

Es werden 0·6 bis 1 *g* Substanz in einem kleinen Erlenmeyer'schen Kölbchen (200 bis 250 $cm^3$ Inhalt) mit 20 $cm^3$ concentrierter reiner Schwefelsäure (66° B.) versetzt und 0·7 *g* Quecksilberoxyd zugesetzt. Um Verluste durch Verspritzen zu verhindern, wird das Kölbchen mit einer Glaskugel bedeckt.

Man erhitzt den Kolben vorsichtig auf dem Drahtnetze so lange zum Kochen, bis die Flüssigkeit farblos geworden ist, was höchstens 4 Stunden dauert. Nach dem Abkühlen spült man den Inhalt des Kölbchens mit Wasser in einem $^1/_2$ *l* Erlenmeyer'schen Kolben aus, neutralisiert die Säure mit Natronlauge in kleinem Überschusse und zersetzt

---

*) Österr.-Ungar. Zeitschr. für Zuckerindustrie und Landwirtschaft, V. Heft, 1888.

dann die Quecksilber-Verbindungen mit einer vorräthig gehaltenen Schwefelnatriumlösung. Man bestimmt ein- für allemal, wieviel Lauge nothwendig ist, um die 20 $cm^3$ concentrierter Schwefelsäure zu neutralisieren, ebenso die Menge der Schwefelnatriumlösung zur Fällung von 0·7 *g* Quecksilberoxyd. Man destilliert dann unter Verwendung eines Kühlers die Hälfte der Flüssigkeit in vorgelegte titrierte Schwefelsäure (0·3 normal) über, die letztere wird dann mit einer Barytlösung (ca. 0·2 normal) zurücktitriert. Bei sehr stark schäumenden Substanzen hilft man sich durch Zusatz von einem Körnchen reinen Paraffins.

Was die Jodlbauer'sche Modification der Kjeldahl'schen Methode anbelangt, so besteht dieselbe darin, dass die salpetersauren Salze in eine für die Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl geeignete Form (Amido-Verbindungen) übergeführt werden.

0·2 bis 0·3 *g* Substanz werden in einem kleinen Erlenmeyer'schen Kölbchen mit 30 $cm^3$ concentrierter Schwefelsäure und zugleich mit 2·5 $cm^3$ Phenol-Schwefelsäure versetzt. Die Phenol-Schwefelsäure wird bereitet durch Auflösen von 50 *g* Phenol zu 100 $cm^3$ concentrierter Schwefelsäure.

Erst nach vollständiger Auflösung der Substanz bringt man in kleinen Portionen 1·5 bis 2 *g* metallisches Zink und dann etwa 0·4 *g* metallisches Quecksilber hinzu und erwärmt das ganze im Anfange bei gelinder Temperatur, dann später aber bis zum Kochen der Flüssigkeit. Diese wird dabei meist erst nach 4 bis 5 Stunden farblos. Im übrigen verfährt man genau wie bei der Kjeldahl'schen Methode.

## III. Fett-Bestimmung.

Das Fett (Öl) wird durch Extraction der zerkleinerten, getrockneten Probe (ca. 6—8 *g*) mit Petroleumäther, Schwefeläther oder Chloroform mittelst eines Extractions-Apparates (siehe Milch-Analyse) bestimmt.

Die ätherische Lösung des Fettes wird in eine gewogene Schale gebracht (vorher kann man jedoch den grössten Theil des Extractionsmittels durch Abdestillieren gewinnen), das Lösungsmittel verdampft, bei 105° C. getrocknet und gewogen.

## IV. Bestimmung der Rohfaser (Cellulose).

3—4 *g* zerriebenes Material werden in einen Kolben gebracht, darin mit 200 $cm^3$ verdünnter Schwefelsäure übergossen. Die Schwefelsäure soll 1·25% Hydrat enthalten. Nun

wird ein Kühlrohr mit einem Kork in den Hals des Kolbens eingefügt und über einer Flamme eine halbe Stunde im Kochen unterhalten. Bei Durchführung des Verfahrens kann der vom Verfasser angegebene Apparat (*Fig. 7*), der auch für viele andere Untersuchungen brauchbar ist, benützt werden.*)



*Fig. 7.*

Nachdem sich die Flüssigkeit geklärt hat, wird entweder mittelst einer Wasserstrahlpumpe filtriert und mit Wasser ein- bis zweimal gewaschen, oder man wendet die in *Fig. 8* versinnlichte Filtrationsmethode an.

Das Filtrierröhrchen ist mit einem Leinwandlappen abgebunden und mit einem Kautschukschlauch *S* mit der Röhre $R_2$ verbunden; wird durch das Rohr $R_1$ Luft eingeblasen, so wird die Flüssigkeit aus dem Rohre $R_2$ in das Becherglas *B* getrieben. Ist die Flüssigkeit aus dem Kolben entfernt worden, dann wird mit Wasser gekocht und neuerdings filtriert; die vereinigten Filtrate bezeichnet man der Kürze halber mit *a*. Die Flüssigkeit wird zur Absetzung der eventuell mitgerissenen festen Theilchen stehen gelassen.

Der im Kolben verbliebene Rückstand wird mit 50 $cm^3$ 5procentiger Kalilauge versetzt, dazu gibt man noch 250 $cm^3$ Wasser und nun wird wieder eine halbe Stunde gekocht, die Flüssigkeit abermals filtriert und hierauf noch zweimal mit Wasser gekocht. Die Flüssigkeiten (*b*), die man hierbei erhält, werden zur Klärung in ein Becherglas gegeben.

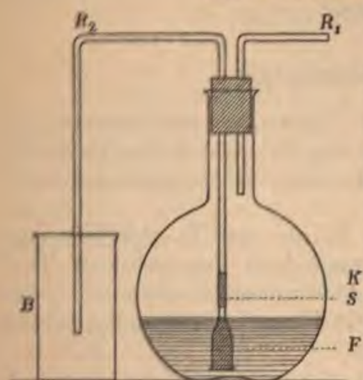


*Fig. 8.*

Nachdem diese Behandlung des Materiales durchgeführt wurde, wird der Rückstand auf ein Filter gebracht, welches früher bei 100° C. getrocknet und in einem Wägefläschchen gewogen wurde. Die Flüssigkeiten *a* und *b*, die manchmal

*) Zeitschrift für angewandte Chemie, 1889.

einen Bodensatz gebildet haben, werden abgezogen, der trübe Rückstand auf das Filter aufgegossen, mit Wasser ausgewaschen, und zwar so lange, als noch lösliche Theile vom Wasser fortgeführt werden. Zum Schlusse wird noch mit Alkohol und mit Äther nachgewaschen, der Filterrückstand bei 100° bis 110° C. getrocknet und gewogen. Will man das Wägen der Filter vermeiden, so spült man den Filterrückstand mit destilliertem Wasser in eine gewogene Platinschale, verdampft das Wasser, trocknet bei 105° C. und wiegt. Der Rückstand kann dann sofort in der Schale verbrannt, und das Gewicht der Asche von dem der Rohcellulose (Rohfaser) abgezogen werden.

Um die Analyse vollständig durchzuführen, muss man noch den Stickstoffgehalt der Rohfaser (der 0·1 bis 0·8% betragen kann) bestimmen. denselben auf Eiweiss umrechnen und von der Cellulose abziehen.

## V. Bestimmung der Stärke.

Den Stärkegehalt findet man nach der Verzuckerung aus der erhaltenen Stärkezuckermenge (Dextrose).

Die Stärke wird unter Anwendung von Säuren im Lintner'schen, von Rempel*) verbesserten Druckfläschchen in Lösung gebracht. (*Fig. 9.*) Zur Bestimmung werden 2 *g* Substanz (Schrot) mit Wasser zu 40 *cm*³ im Druckfläschchen versetzt, dasselbe verschlossen und in einem Paraffinbade auf 130—140° C. durch drei Stunden erhitzt. — Nachdem man die Masse auf 100° C. erkalten liess, bringt man zu derselben 10—15 *cm*³ Salzsäure und kocht eine halbe Stunde, wobei die Zerlegungs- und Zwischenproducte der Stärke in Zucker übergeführt werden. Man filtriert hierauf die Lösung und wäscht das Unlösliche mit heissem Wasser. In der neutralisierten Lösung bestimmt man den Zucker nach Allihn (S. 38), multipliciert den Zuckergehalt mit 0·9 und erhält dadurch die Stärke.



*Fig. 9.*

Die Stärke kann in Zucker auch auf nachfolgende Art übergeführt werden: 3 *g* der möglichst fein gepulverten Probe werden mit 50 *cm*³ Wasser zum Kochen erhitzt, auf 62·5° C. abgekühlt und mit 0·05 *g* nach Lintner bereiteter Diastase 1 Stunde hindurch bei 62·5° verzuckert. Diese Diastase

*) Berliner Ber. 1885, S. 621.

wird folgendermassen bereitet: Ein alkoholischer 20procentiger Auszug (1:3) von Grünmalz wird filtriert, mit dem zweifachen Volumen 96proc. Alkohol versetzt, die ausgeschiedene Diastase mit Alkohol gewaschen und im Exsiccator getrocknet.*)

Dann lässt man die Zuckerlösung erkalten, füllt auf 250 $cm^3$, filtriert, invertiert 200 $cm^3$ mit 15 $cm^3$ Salzsäure (1·125 spec. Gew.) $2^1/_2$ Stunden lang bei Siedehitze im Erlenmeyer-Kolben mit aufgesetztem Steigrohr, neutralisiert fast völlig mit Natronlauge und füllt auf 500 $cm^3$ Lösung. Nach der Tabelle von Allihn ist aus dem reducierten Kupfer die Dextrose zu ermitteln: 100 Dextrose = 90 Stärke.

Die in der Substanz bestimmte Dextrin-Menge ist auf Zucker zu berechnen, von dem Gesammtzucker abzuziehen; hierauf gibt die erhaltene Differenz mal 0·9 den Stärkegehalt.

Der Rückstand, der bei der Stärkebestimmung erhalten wird, lässt sich zur Controle-Bestimmung der Cellulose benützen. Man kocht den Rückstand, wie bereits besprochen wurde, mit verdünnter Kalilauge, hierauf zweimal mit Wasser aus, filtriert, wäscht zum Schlusse mit Alkohol und Äther, trocknet, wiegt, äschert die Rohfaser ein und zieht die Asche von dem Gewichte der Cellulose ab.

Was die Barytmethode zur Stärkebestimmung anbelangt, so wurde selbe von A. Asbóth empfohlen und neuerdings etwas modificiert.**)

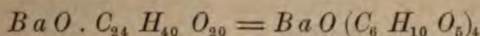
Man bringt 10 *g* Substanz in eine Filtrierpapierhülse und extrahiert im Soxhlet'schen Apparate mit Äther. Nach der Beendigung der Extraction wird der Äther verdunstet und das zurückgebliebene Fett nach dem Trocknen gewogen. Den Inhalt der dem Apparate entnommenen Hülse schüttet man auf Filtrierpapier und lässt ihn darauf eine Stunde liegen, bis aller Äther verdunstet ist. Ist dies geschehen, dann wird die Masse im Porzellanmörser gut verrieben und hievon 1—1·8 *g* zur Stärkebestimmung und einige *g* zur Wasserbestimmung abgewogen.

Die zur Stärkebestimmung genommene Substanzmenge wird mit wenig Wasser gut zusammengerieben. Das stärkehältige Wasser schüttet man in einen 250 $cm^3$-Kolben, reibt den Rückstand wieder mit Wasser zusammen, schüttet das stärkehältige Wasser wieder in den Kolben und nun wird die Flüssigkeit bis etwa 100 $cm^3$ mit Wasser verdünnt. Wenn

*) Wagner, Jahres-Bericht 1887, S. 864.
**) Chemiker-Zeitung 1888, 1889, Nr. 37.

die zu untersuchende Probe sehr hart ist, wie Mais, Reis, Erbsen, so verwendet man zum Ausschlämmen der Stärke siedendes Wasser.

Ist die Flüssigkeit zum erwünschten Volumen verdünnt, so taucht man den Kolben in ein kochendes Wasserbad und lässt unter öfterem Umrühren 30 Minuten lang verkleistern. Nach der Verkleisterung wird die Flüssigkeit zur Zimmertemperatur abgekühlt, dazu 50 $cm^3$ titrierte Barytlösung zugesetzt, gut verschlossen und 2 Minuten lang geschüttelt. Damit die Barytstärkeverbindung sich vollkommen abscheide, füllt man den Kolben mit 45proc. Alkohol bis zur Marke, schüttelt den Kolben und lässt ihn hierauf ruhig stehen. Nach kurzem scheidet sich die Verbindung



$$BaO . C_{24} H_{40} O_{20} = BaO (C_6 H_{10} O_5)_4$$

in grossen Flocken aus und die darüber stehende Flüssigkeit wird ganz hell. Wenn aber die Lösung nicht durchsichtig ist, so schüttelt man wieder durch, worauf die Flüssigkeit sehr klar wird. Nach 10 Minuten setzt sich der Niederschlag so vollständig ab, dass man von der darüber stehenden Flüssigkeit 50 $cm^3$ herauspipetieren kann. Wenn in der Flüssigkeit Niederschlagflocken schwimmen, was meist der Fall ist, so filtriert man einen Theil durch Glaswolle, von dem Filtrate nimmt man mit einer ganz trockenen Pipette 50 $cm^3$ Flüssigkeit, setzt einige Tropfen Phenolphthaleïn zu und titriert mit $^1/_{10}$ Normalsalzsäure.

Wenn 50 $cm^3$ Barytlösung $b$ $cm^3$ $^1/_{10}$ Normalsalzsäure entsprechen und $c$ $cm^3$ $^1/_{10}$ Normalsalzsäure zum Zurücktitrieren verbraucht wurden, so gibt die Differenz $b - c$ die Anzahl $cm^3$ $^1/_{10}$ Normalsalzsäure, die der gebundenen Menge Barytlauge äquivalent ist, woraus sich die Stärke, falls die Verbindung $BaO (C_6 H_{10} O_5)_4$ eine constante Zusammensetzung besitzt, leicht berechnen lässt.

Die Asbóth'sche Methode wurde durch Anwendung des Verfahrens der Extraction des Fettes etwas verbessert, sie ist jedoch mit Vorsicht aufzunehmen, da sie noch eingehender Prüfungen bedarf.

## VI. Dextrin-Bestimmung.

5—10 $g$ fein zerkleinerter Gerste, Hafer etc. werden zur Dextrin-Bestimmung mit warmem Wasser längere Zeit digeriert, von dem Unlöslichen wird durch Filtration getrennt — um mit dem Filtrieren rascher vorwärts zu kommen, kann man anfangs ein Coliertuch benützen — der Filtrationsrückstand wird gewaschen, die Lösung eingedampft, vom coagulierten

Albumin abfiltriert und das Filtrat zur Syrupconsistenz eingedampft. Die eingeengte wässerige Lösung des Dextrins wird mit 10 Volumtheilen 90proc. Weingeist versetzt, das ausgeschiedene Dextrin mit Alkohol derselben Concentration gewaschen, hierauf getroknet und gewogen.

Die eventuelle Trennung von Gummi wird bei der Untersuchung des Dextrins besprochen werden.

### VII. Bestimmung des scheinbaren specifischen Gewichtes (Hektoliter-Gewichtes).

Das scheinbare specifische Gewicht gibt in der Praxis Anhaltspunkte zur Beurtheilung der Getreidearten bezüglich ihres Wertes.


*Fig. 10.*

Diese Bestimmung wird meist mit eigens für diesen Zweck construierten sogenannten Getreidewagen durchgeführt. Man kann jedoch auch ein Pyknometer (*Fig. 10*), dessen Capacität durch eine Wasserwägung bestimmt wurde, benützen.

---

## B. Untersuchung der Kartoffeln.

Nachfolgende Bestimmungen I.—V. können nach denselben Methoden, wie sie bei der Untersuchung der Getreidearten angegeben wurden, durchgeführt werden:

I. Wasser-Bestimmung,
II. Aschen-Bestimmung,
III. Cellulose- (Korkstoff-) Bestimmung,
IV. Stärke-Bestimmung,
V. Fett-Bestimmung.

Da es bei den Kartoffeln, die zur Spiritus- oder Stärkeerzeugung verwendet werden, meist nur auf den Stärkegehalt ankommt und die chemische Analyse zu zeitraubend ist, so ermittelt man meistens nur die Dichte, um aus derselben durch Eingehen in Tabellen oder Formeln den Stärkegehalt und die Trockensubstanz zu finden.

Zur Ermittlung des specifischen Gewichtes benützt man für die Zwecke der Praxis am besten die von Pohl vorgeschlagene Kartoffelwage, bei welcher das archimedische Princip in Anwendung kommt.

Schematisch gezeichnet sieht die Wage ungefähr so aus, wie *Fig. 11* zeigt, es kann jedoch auch die Reinmann'sche Kartoffelwage oder die Hurtzig'sche Federwage in Anwendung kommen.*)

Der an der kürzer gehängten Wageschale $S_2$ mittelst eines Drahtes befestigte Korb (Netz $K$) wird in das mit Wasser gefüllte Gefäss $G$ eingehängt und die Wage durch Auflegen von Tara in das Gleichgewicht gebracht. Nun werden ca. $^1/_2$ bis 1 Kilo Kartoffeln, die gut von Schmutz, Erde etc. gereinigt wurden, auf die Schale $S_2$ gebracht und durch Auflegen von Gewichten auf $S_1$ das Gewicht ($g$) der verwendeten Kartoffeln bestimmt. Bringt man dieselben in das Netz (Korb $K$), so wird das Gleichgewicht gestört und man muss, um die Wage ins Gleichgewicht zu bringen, ein genau so grosses Gewicht ($v$) auf die Wagschale $S_2$ auflegen, als das Gewicht des verdrängten Wassers beträgt.

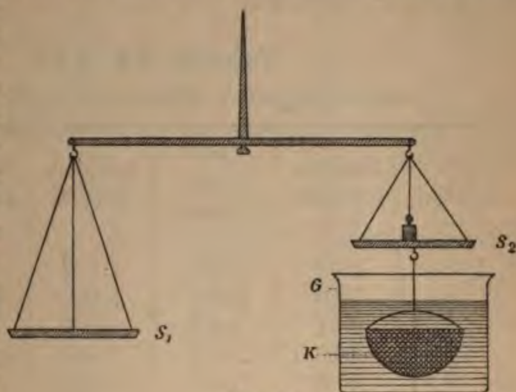


*Fig. 11.*

Durch Division beider Zahlen erhält man die durchschnittliche Dichte ($d$) der Kartoffeln: $d = \frac{g}{v}$.

Es ist selbstverständlich, dass eine solche Bestimmung keine wissenschaftliche ist und dass derselben viele Fehler anhaften; sie gibt aber für die Praxis vollkommen hinreichende Durchschnittswerte.

Nach Pohl**) kann man aus der Dichte ($d$) die Stärke ($St$) und die Trockensubstanz ($T$) wie folgt finden:

$$St = 9{\cdot}04 + (d - 1{\cdot}06)\,245,$$
$$T = 16{\cdot}5 + (d - 1{\cdot}06)\,245.$$

Hiebei bedeuten die Werte 1·06 die durchschnittlich niedrigste Dichte, 9·04 den niedrigsten Stärkegehalt und 16·5

*) Post, Chem.-techn. Analyse, S. 861.
**) Wiener Akademie-Berichte, VIII. Bd. (1852), S. 42.

den niedrigsten Trockengehalt. Diese Werte wurden empirisch ermittelt.

Man kann auch zur Bestimmung des Procentgehaltes der Kartoffeln an Stärke und Trockensubstanz aus dem specifischen Gewichte die Tabelle (Tabelle Nr. XVI.) nach Behrend, Mærcker und Morgen*) benützen.

## Tabelle Nr. XVI.
nach Behrend, Mærcker und Morgen.

| Specifisch. Gewicht | Trocken-substanz | Stärke-mehl-Procente | Specifisch. Gewicht | Trocken-substanz | Stärke-mehl-Procente |
|---|---|---|---|---|---|
| 1·080 | 19·7 | 13·9 | 1·107 | 25·5 | 19·7 |
| 1·081 | 19·9 | 14·1 | 1·108 | 25·7 | 19·9 |
| 1·082 | 20·1 | 14·3 | 1·109 | 25·9 | 20·1 |
| 1·083 | 20·3 | 14·5 | 1·110 | 26·1 | 20·3 |
| 1·084 | 20·5 | 14·7 | 1·111 | 26·3 | 20·5 |
| 1·085 | 20·7 | 14·9 | 1·112 | 26·5 | 20·7 |
| 1·086 | 20·9 | 15·1 | 1·113 | 26·7 | 20·9 |
| 1·087 | 21·2 | 15·4 | 1·114 | 26·9 | 21·1 |
| 1·088 | 21·4 | 15·6 | 1·115 | 27·2 | 21·4 |
| 1·089 | 21·6 | 15·8 | 1·116 | 27·4 | 21·6 |
| 1·090 | 21·8 | 16·0 | 1·117 | 27·6 | 22·0 |
| 1·091 | 22·0 | 16·2 | 1·118 | 27·8 | 22·2 |
| 1·092 | 22·2 | 16·4 | 1·119 | 28·0 | 22·3 |
| 1·093 | 22.4 | 16·6 | 1·120 | 28·3 | 22·5 |
| 1·094 | 22·6 | 16·9 | 1·121 | 28·5 | 22·7 |
| 1·095 | 22·8 | 17·1 | 1·122 | 28·7 | 22·9 |
| 1·096 | 23·1 | 17·3 | 1·123 | 28·9 | 23·1 |
| 1·097 | 23·3 | 17·5 | 1·124 | 29·1 | 23·3 |
| 1·098 | 23·5 | 17·7 | 1·125 | 29·3 | 23·5 |
| 1·099 | 23·7 | 17·9 | 1·126 | 29·5 | 23·7 |
| 1·100 | 24·0 | 18·2 | 1·127 | 29·8 | 24·0 |
| 1·101 | 24·2 | 18·4 | 1·128 | 30·0 | 24·2 |
| 1·102 | 24·4 | 18·6 | 1·129 | 30·2 | 24·4 |
| 1·103 | 24·6 | 18·8 | 1·130 | 30·4 | 24·6 |
| 1·104 | 24·8 | 19·0 | 1·131 | 30·6 | 24·8 |
| 1·105 | 25·0 | 19·2 | 1·132 | 30·8 | 25·0 |
| 1·106 | 25·2 | 19·4 | 1·133 | 31·0 | 25·2 |

*) Agricult.-chem. Centralblatt 1880, S. 452.

| Specifisch. Gewicht | Trocken-substanz | Stärke-mehl-Procente | Specifisch. Gewicht | Trocken-substanz | Stärke-mehl-Procente |
|---|---|---|---|---|---|
| 1·134 | 31·3 | 25·5 | 1·147 | 34·1 | 28·3 |
| 1·135 | 31·5 | 25·7 | 1·148 | 34·3 | 28·5 |
| 1·136 | 31·7 | 25·9 | 1·149 | 34·5 | 28·7 |
| 1·137 | 31·9 | 26·1 | 1·150 | 34·7 | 28·9 |
| 1·138 | 32·1 | 26·3 | 1·151 | 34·9 | 29·1 |
| 1·139 | 32·5 | 26·5 | 1·152 | 35·1 | 29·3 |
| 1·140 | 32·8 | 26·7 | 1·153 | 35·4 | 29·6 |
| 1·141 | 33·0 | 27·0 | 1·154 | 35·6 | 29·8 |
| 1·142 | 33·2 | 27·2 | 1·155 | 35·8 | 30·0 |
| 1·143 | 33·4 | 27·4 | 1·156 | 36·0 | 30·2 |
| 1·144 | 33·4 | 27·6 | 1·157 | 36·2 | 30·4 |
| 1·145 | 33·6 | 27·8 | 1·158 | 36·4 | 30·6 |
| 1·146 | 33·8 | 28·0 | 1·159 | 36·6 | 30·8 |

## C. Dextrin-Untersuchung.

Bei der Dextrin-Untersuchung müssen nachfolgende Bestimmungen durchgeführt werden:

### I. Wasser- und Aschen-Bestimmung.

Der Wassergehalt ist durch Trocknen bei 110° C., der Aschengehalt durch Verbrennung der Trockensubstanz zu ermitteln.

### II. Bestimmung der in kaltem Wasser löslichen und unlöslichen Bestandtheile.

Man schüttelt 25 *g* der Substanz in einem Kolben mit kaltem Wasser aus, füllt zur Marke auf, lässt absetzen und filtriert durch ein bei 100° C. getrocknetes und gewogenes Filter; der Rückstand wird gut mit Wasser gewaschen und das Filtrat genau auf 500 $cm^3$ gebracht. Ein aliquoter Theil des Filtrates wird auf dem Wasserbade eingedampft, bei 110° C. getrocknet und gewogen; das Gewicht gibt die Summe der gelösten Stoffe an. Die auf dem Filter gesammelten unlöslichen Bestand-

theile werden nach dem Trocknen bei 110° C. gewogen; äschert man diesen Rückstand ein, so kann man aus der Differenz beider Wägungen die unlöslichen organischen Stoffe (Stärke, Hülsentheile etc.), sowie die unlöslichen mineralischen Stoffe finden.

## III. Untersuchung der im Wasser löslichen Bestandtheile.

In der wässrigen Lösung werden folgende Bestandtheile bestimmt:

### *a) Die Acidität.*

Die Acidität wird durch Titrieren von 50 oder 100 $cm^3$ der Lösung mit $\frac{n}{10}$ — Natronlauge und Phenolphthaleïn als Indicator ermittelt.

### *b) Die Maltose.*

In den löslichen Theilen kann Zucker vorhanden sein; derselbe wird dann quantitativ mit Fehling'scher Lösung gefunden.

Die Bestimmung der Maltose (*M*) wird nach E. Wein*) vorgenommen. Da eine kleine Menge Dextrin bei längerem Kochen mit Alkalitartraten in Zucker umgesetzt wird, so darf nie länger als 4 Minuten gekocht werden. Es werden:

25 $cm^3$ Kupferlösung,
25 $cm^3$ Seignettesalz-Natronlauge und
25 $cm^3$ einer Zuckerlösung, die nicht mehr als 1procentig sein soll, sum Sieden erhitzt und 4 Minuten lang im Sieden unterhalten.

Die Berechnung erfolgt nach der Tabelle von E. Wein (Tabelle Nr. XVII.).

### *c) Dextrin.*

Zur Bestimmung des Dextrins verdünnt man nach C. Hanofsky**) 50 $cm^3$ oder 100 $cm^3$ der Lösung auf 200 $cm^3$ und unterhält die Dextrinlösung mit 15 $cm^3$ Salzsäure vom specifischen Gewichte 1·125 zwei Stunden lang unter Rückfluss in gelindem Sieden. Sodann neutralisiert man in einem 300 oder 500 $cm^3$-Kolben, füllt zur Marke auf und bestimmt die Dextrose mit Fehling'scher Lösung nach Allihn (siehe Traubenzucker). Beträgt die Menge der ermittelten Dextrose für 100 *g* Substanz (*D*), so rechnet sich der Dextringehalt, da 20 Theile Dextrose 19 Theilen Maltose entsprechen, zu 0·9 ($D$ — 1·05 $M$).

*) E. Wein, Zuckertabellen, S. 7.
**) Mittheil. d. k. k. technolog. Gewerbemuseums in Wien 1889, 3, 56.

## Tabelle Nr. XVII.

| *mg* Maltose | *mg* Kupfer | *mg* Maltose | *mg* Kupfer | *mg* Maltose | *mg* Kupfer | *mg* Maltose |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 25·3 | 67 | 57·4 | 104 | 90·1 | 141 | 123·3 |
| 26·1 | 68 | 58·3 | 105 | 91·0 | 142 | 124·2 |
| 27·0 | 69 | 59·2 | 106 | 91·9 | 143 | 125·1 |
| 27·9 | 70 | 60·1 | 107 | 92·8 | 144 | 126·0 |
| 28·7 | 71 | 61·0 | 108 | 93·7 | 145 | 126·9 |
| 29·6 | 72 | 61·8 | 109 | 94·6 | 146 | 127·8 |
| 30·5 | 73 | 62·7 | 110 | 95·5 | 147 | 128·7 |
| 31·3 | 74 | 63·6 | 111 | 96·4 | 148 | 129·6 |
| 32·2 | 75 | 64·5 | 112 | 97·3 | 149 | 130·5 |
| 33·1 | 76 | 65·4 | 113 | 98·1 | 150 | 131·4 |
| 33·9 | 77 | 66·2 | 114 | 99·0 | 151 | 132·3 |
| 34·8 | 78 | 67·1 | 115 | 99·9 | 152 | 133·2 |
| 35·7 | 79 | 68·0 | 116 | 100·8 | 153 | 134·1 |
| 36·5 | 80 | 68·9 | 117 | 101·7 | 154 | 135·0 |
| 37·4 | 81 | 69·7 | 118 | 102·6 | 155 | 135·9 |
| 38·3 | 82 | 70·6 | 119 | 103·5 | 156 | 136·8 |
| 39·1 | 83 | 71·5 | 120 | 104·4 | 157 | 137·7 |
| 40·0 | 84 | 72·4 | 121 | 105·3 | 158 | 138·6 |
| 40·9 | 85 | 73·2 | 122 | 106·2 | 159 | 139·5 |
| 41·8 | 86 | 74·1 | 123 | 107·1 | 160 | 140·4 |
| 42·6 | 87 | 75·0 | 124 | 108·0 | 161 | 141·3 |
| 43·5 | 88 | 75·9 | 125 | 108·9 | 162 | 142·2 |
| 44·4 | 89 | 76·8 | 126 | 109·8 | 163 | 143·1 |
| 45·2 | 90 | 77·7 | 127 | 110·7 | 164 | 144·0 |
| 46·1 | 91 | 78·6 | 128 | 111·6 | 165 | 144·9 |
| 47·0 | 92 | 79·5 | 129 | 112·5 | 166 | 145·8 |
| 47·8 | 93 | 80·3 | 130 | 113·4 | 167 | 146·7 |
| 48·7 | 94 | 81·2 | 131 | 114·3 | 168 | 147·6 |
| 49·6 | 95 | 82·1 | 132 | 115·2 | 169 | 148·5 |
| 50·4 | 96 | 83·0 | 133 | 116·1 | 170 | 149·4 |
| 51·3 | 97 | 83·9 | 134 | 117·0 | 171 | 150·3 |
| 52·2 | 98 | 84·8 | 135 | 117·9 | 172 | 151·2 |
| 53·1 | 99 | 85·7 | 136 | 118·8 | 173 | 152·0 |
| 53·9 | 100 | 86·6 | 137 | 119·7 | 174 | 152·9 |
| 54·8 | 101 | 87·5 | 138 | 120·6 | 175 | 153·8 |
| 55·7 | 102 | 88·4 | 139 | 121·5 | 176 | 154·7 |
| 56·6 | 103 | 89·2 | 140 | 122·4 | 177 | 155·6 |

| mg Kupfer | mg Maltose | mg Kupfer | mg Maltose | mg Kupfer | mg Maltose | mg Kupfer | mg Maltose |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 178 | 156·5 | 209 | 184·1 | 240 | 211·8 | 271 | 239·7 |
| 179 | 157·4 | 210 | 185·0 | 241 | 212·7 | 272 | 240·6 |
| 180 | 158·3 | 211 | 185·9 | 242 | 213·6 | 273 | 241·5 |
| 181 | 159·2 | 212 | 186·8 | 243 | 214·5 | 274 | 242·4 |
| 182 | 160·1 | 213 | 187·7 | 244 | 215·4 | 275 | 243·3 |
| 183 | 160·9 | 214 | 188·6 | 245 | 216·3 | 276 | 244·2 |
| 184 | 161·8 | 215 | 189·5 | 246 | 217·2 | 277 | 245·1 |
| 185 | 162·7 | 216 | 190·4 | 247 | 218·1 | 278 | 246·0 |
| 186 | 163·6 | 217 | 191·2 | 248 | 219·0 | 279 | 246·9 |
| 187 | 164·5 | 218 | 192·1 | 249 | 219·9 | 280 | 247·8 |
| 188 | 165·4 | 219 | 193·0 | 250 | 220·8 | 281 | 248·7 |
| 189 | 166·3 | 220 | 193·9 | 251 | 221·7 | 282 | 249·6 |
| 190 | 167·2 | 221 | 194·8 | 252 | 222·6 | 283 | 250·4 |
| 191 | 168·1 | 222 | 195·7 | 253 | 223·5 | 284 | 251·3 |
| 192 | 169·0 | 223 | 196·6 | 254 | 224·4 | 285 | 252·2 |
| 193 | 169·8 | 224 | 197·5 | 255 | 225·3 | 286 | 253·1 |
| 194 | 170·7 | 225 | 198·4 | 256 | 226·2 | 287 | 254·0 |
| 195 | 171·6 | 226 | 199·3 | 257 | 227·1 | 288 | 254·9 |
| 196 | 172·5 | 227 | 200·2 | 258 | 228·0 | 289 | 255·8 |
| 197 | 173·4 | 228 | 201·1 | 259 | 228·9 | 290 | 256·6 |
| 198 | 174·3 | 229 | 202·0 | 260 | 229·8 | 291 | 257·5 |
| 199 | 175·2 | 230 | 202·9 | 261 | 230·7 | 292 | 258·4 |
| 200 | 176·1 | 231 | 203·8 | 262 | 231·6 | 293 | 259·3 |
| 201 | 177·0 | 232 | 204·7 | 263 | 232·5 | 294 | 260·2 |
| 202 | 177·9 | 233 | 205·6 | 264 | 233·4 | 295 | 261·1 |
| 203 | 178·7 | 234 | 206·5 | 265 | 234·3 | 296 | 262·0 |
| 204 | 179·6 | 235 | 207·4 | 266 | 235·2 | 297 | 262·8 |
| 205 | 180·5 | 236 | 208·3 | 267 | 236·1 | 298 | 263·7 |
| 206 | 181·4 | 237 | 209·1 | 268 | 237·0 | 299 | 264·6 |
| 207 | 182·3 | 238 | 210·0 | 269 | 237·9 | 300 | 265·5 |
| 208 | 183·2 | 239 | 210·9 | 270 | 238·8 | | |

Das Verfahren zur Bestimmung des Dextrins nach Roussin *) beruht auf der Unlöslichkeit des reinen Dextrins in starkem und seiner Löslichkeit in verdünntem Alkohol. Ein Theil der Lösung von (II.) wird zur Syrupconsistenz eingedampft, mit

*) Post, Chem.-techn. Analyse, S. 666.

10 Volumtheilen 90procentigen Alkohol vermischt, und das niederfallende Dextrin mit Alkohol derselben Concentration gewaschen, darauf getrocknet und gewogen. Von dem so erhaltenen Producte löst man das ganze oder einen Theil, im Verhältnisse von 1 *g* in 10 $cm^3$ Wasser, und setzt zu dieser Lösung 30 $cm^3$ 56procentigen Weingeist, 4 Tropfen 26procentige Eisenchloridlösung und einige Decigramme Kreidepulver, das letztere zur Fällung von etwa vorhandenem, mit Eisenhydroxyd sich verbindenden Gummi. — Das ganze wird gehörig umgerührt, filtriert und der Rückstand auf dem Filter mit 56procentigem Weingeist ausgewaschen. Im Filtrate wird hierauf das Dextrin abermals mit 95procentigem Alkohol gefällt. Nach 24 Stunden kann man den Weingeist abgiessen, den Niederschlag in wenig Wasser lösen und im gewogenen Schälchen auf dem Wasserbade zur Trockene verdampfen. Der Procentgehalt des untersuchten Dextrins lässt sich aus den gefundenen Zahlen leicht berechnen.

Wo die Abscheidung mittelst Weingeist nicht möglich ist, da fällt man mit einem Überschusse ammoniakalischer Bleiacetatlösung und zersetzt den mit Wasser ausgewaschenen Niederschlag durch Schwefelwasserstoff; filtriert von dem Schwefelblei ab, dampft das Filtrat ein und trocknet in einem gewogenen Schälchen bei 110° C.

In Dextrinfabriken sowie Zeugdruckereien kann oft eine schnelle Bestimmung des Dextringehaltes in wässerigen Dextrin-Lösungen, in verdickten Beizen oder in Farbeteigen von Nutzen sein. Wenn sehr wenig oder kein Zucker vorhanden ist, wird nach Pohl*) folgenderweise vorgegangen:

15 *g* der zu untersuchenden Substanz vermischt man mit Wasser bis zum Volumen 50 $cm^3$ und klärt nöthigenfalls mit Spodium.

Dann wird die Drehung $D$ mit dem Mitscherlich'schen Polarisations-Apparate bestimmt und der Dextrin-Procentgehalt ($p$) nach folgender Gleichung gefunden:

$$p = \frac{1 \cdot 14\, D}{r},$$

wobei $r$ die bekannte Bedeutung besitzt.

Benützt man das Wild'sche Polaristrobometer, so beobachtet man die Gesammtablenkung; ist Zucker vorhanden, dann wird derselbe mit Fehling'scher Lösung bestimmt, sein

*) Wiener Akademie-Berichte, Bd. XXI. (1856).

Gehalt mit 2·5 multipliciert gibt die Drehung des vorhandenen Zuckers, diese von der Gesammtdrehung abgezogen liefert die Drehung des Dextrins, und die letztere durch 3·4 dividiert gibt den Dextringehalt in Grammen. ($1^{0}$ Wild = 2·89005 $^{0}$ Ventzke-Soleil.)

Ist ausser Dextrin Maltose und Dextrose vorhanden, dann kann man sich der von Harvey W. Wiley*) vorgeschlagenen Methode bedienen, die aber voraussetzt, dass ausser den drei genannten Körpern kein optisch-activer, oder Fehling'sche Lösung reducierender Körper vorhanden ist.

Es werden 10 *g* Substanz zu 1 *l* gelöst. Man bestimmt nach diesem Vorschlage: 1. Die Gesammtdrehung, 2. die Gesammtwirkung gegen Fehling'sche Lösung, 3. die Drehung, welche die Flüssigkeit zeigt, nachdem man mit Hilfe von Quecksilbercyanid die Dextrose und Maltose reduciert hat, und zwar: Von der Probe werden 10 $cm^3$ 2 bis 3 Minuten lang mit einer Lösung von Cyanquecksilber (120 *g* $Hg\,(Cy)_2$ und 120 *g* $Na\,HO$ auf 1 *l*) im Überschuss (20—25 $cm^3$) gekocht, mit Salzsäure angesäuert, auf 50 $cm^3$ gebracht und im 500 *mm*-Rohre polarisiert, um die dem Dextrin zukommende Drehung zu erhalten.

Dieser letzte Wert ist die durch das Dextrin allein verursachte Drehung. Es lässt sich daraus direct dessen Menge finden. Die Differenz der Gesammtdrehung und der durch das Dextrin verursachten ist die durch Maltose und Dextrose hervorgerufene Drehung.

Aus dieser Grösse zusammen mit der ebenfalls nur durch diese beiden Körper bedingten Einwirkung auf Fehling'sche Lösung lässt sich nun folgendermassen die Menge von Dextrose und Maltose berechnen: Bezeichnet man die vorhandene Menge von Dextrose mit $d$, die Menge der Maltose mit $m$, die reducierende Wirkung, ausgerechnet auf Procente Dextrose, mit $R$, so ist, da Maltose nur eine Reductionskraft hat, die sich zu der der Dextrose verhält wie 0·62 : 1,

$$1.\ R = d + 0{\cdot}62\ m.$$

Bezeichnet man die Gesammtdrehung mit $P$, die durch das Dextrin allein hervorgerufene mit $P'$, die Menge des Dextrins mit $d'$, so ist, da das specifische Drehungsvermögen für Dextrose = 52, für Maltose = 139 und für Dextrin = 193 ist,

$$2.\ P = 52\ d + 139\ m + 193\ d'$$
$$3.\ P' = 193\ d'$$
$$4.\ P - P' = 52\ d + 139\ m.$$

*) Chem. News 46, 175, und Zeitschrift für analyt. Chemie 22, 592.

Aus Gleichung 1 und 4 ergibt sich:

$$m = \frac{P - P' - 52\,R}{106 \cdot 76},$$

$$d = R - 0 \cdot 62\,m \text{ und}$$

aus Gleichung 3:

$$d' = \frac{P'}{193}.$$

Diese Methode gibt, wenn auch nicht absolut richtige, so doch für praktische Zwecke hinreichende Resultate.

---

## D. Malz-Untersuchung.

Bei der technischen Untersuchung des Malzes werden folgende Bestimmungen genau so, wie bei den Getreidearten angegeben wurde, durchgeführt:

I. Bestimmung des Wassers und der Asche.

II. Bestimmung des Stickstoffs und des Eiweisses.

III. Bestimmung der Stärke.

IV. Bestimmung des Zuckers (Maltose) und des Dextrins. (Siehe Dextrin-Untersuchung.) Die Maltose bestimmt man durch Extraction des Malzes mit Alkohol und nach Vertreibung des letzteren mit Fehling'scher Lösung.

### V. Bestimmung der Extractausbeute und der Treber.*)

*a) Ermittlung des Extractgehaltes aus dem Filtrate der Treber-Bestimmung.*

Die Extractausbeute wird in folgender Weise gefunden: 8—10 *g* genau gewogenes Malzschrot werden mit 40 $cm^3$ Wasser bei 70° C. so lange gemaischt, bis eine Probe mit Jod nicht mehr reagiert, dann werden die Treber auf einem bei 110° C. getrockneten und gewogenen Filter gesammelt und mit Wasser von 70° so lange ausgewaschen, bis eine Probe des Filtrates nach dem Verdampfen des Wassers keinen Rückstand lässt. Das Gewicht der bei 110° C. getrockneten Treber mehr des im Malze vorhandenen Wassers (mit Ausnahme des

---

*) Post, Chem.-techn. Analyse, S. 623.

durch den Übergang der Stärke in Maltose gebundenen Wassers) vom Gewichte des Malzes abgezogen, gibt die Extractausbeute des Malzes.

Bei Feststellung der Wassermenge, welche die Stärke beim Übergang in Maltose bedarf, hat man zu beachten, dass 972 Stärke + 54 Wasser = 1026 Maltose geben, ferner dass die im Malze vor dem Maischen enthaltene Maltose abzuziehen ist.

Es wird nun das absolute Gewicht des gesammten Filtrates, welches in einem vorher tarierten Kölbchen aufgefangen wurde, bestimmt, sodann zur Ermittlung der Extractprocentzahl in dem Filtrate das specifische Gewicht entweder bei 15° C., wenn die Tabelle von Schultze-Ostermann, oder bei 17·5° C. = 14° R., wenn die Balling'sche Tabelle (siehe Balling'sche Bierprobe) in Anwendung kommen soll. Das absolute Gewicht des Filtrates mit der Extractprocentzahl multipliciert und durch 100 dividiert gibt den Extract an, welcher sich in der verwendeten Malzmenge befindet.

Ist $g$ das absolute Gewicht des Filtrates, $e$ die dem ermittelten specifischen Gewichte entsprechende Extractprocentzahl und $q$ die zur Bestimmung verwendete Malzmenge, so ergibt sich der Extractgehalt von 100 Gewichtstheilen Malz aus der Formel:

$$\frac{g \cdot e}{100} \cdot \frac{100}{q} = \frac{g \cdot e}{q}.$$

*b) Sogenannte Proportionalitätsmethode.*

Diese gibt nach den vergleichenden Bestimmungen der Extractbestimmung im Malze H. Dworzak's und K. Benckendorff's*) etwas zu grosse Werte; dieser Fehler kann möglichst klein gemacht werden, wenn man grosse Maischwassermengen nimmt. Zur Ausführung der sogenannten Proportionalitätsmethode werden 50 *g* Malzschrot in einem tarierten Becherglase (von 500 $cm^3$ Inhalt) mit Wasser (200—300 $cm^3$) angerührt, das Becherglas wird in ein Wasserbad gestellt und allmählich bis 70° C. erwärmt.

Was die Probenahme anbelangt, so sei hier erwähnt, dass es nicht thunlich erscheint, dieselbe von dem Schrote zu nehmen, weil eine Schichtung des feineren Mehles von den leichtern Theilen des Schrotes stattfindet, sondern man wiegt nahezu die erforderliche Menge in Körnern ab, zerreibt dieselben,

*) Zeitschrift f. d. gesammte Brauwesen 1886, S. 414, und Wagner's Jahresbericht 1886, S. 770.

ın wird diese ganze Schrotmenge abgewogen und zur Unter-ıchung genommen. Zur Ausführung grösserer Versuche kann ıan sich des Reischauer'schen Maischapparates*) bedienen.

Um die Temperatur der Maische genau zu erfahren, ver-endet man als Rührstab ein Thermometer (70° C.). Wird tärke durch Jod nicht mehr angezeigt, dann kühlt man die anze Maische rasch ab, setzt destilliertes Wasser auf der Vage so lange zu, bis das Gewicht der Maische 400 *g* oder 00 *g* beträgt und bringt sie nach dem vollständigen Durch-ischen auf ein geräumiges trockenes Filter.

Die Dichte des Filtrates wird bei Benützung der chultze'schen Tabelle (Tabelle Nr. XVIII.) bei 15° C. bestimmt ıach Balling bei 17·5° C.).

## Tabelle Nr. XVIII.

### Extracttabelle für Würze und Bier.

| Wenn 1 titrimtr. *cm*³ klarer Würze bei 15° C. wiegt *g* | so ist der Extractgehalt in 100 *g* dieser Würze *g* | so ist der Extractgehalt in 100 *cm*³ dieser Würze *g* | Wenn 1 titrimtr. *cm*³ klarer Würze bei 15° C. wiegt *g* | so ist der Extractgehalt in 100 *g* dieser Würze *g* | so ist der Extractgehalt in 100 *cm*³ dieser Würze *g* | Wenn 1 titrimtr. *cm*³ klarer Würze bei 15° C. wiegt *g* | so ist der Extractgehalt in 100 *g* dieser Würze *g* | so ist der Extractgehalt in 100 *cm*³ dieser Würze *g* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ·0000 | 0·00 | 0·00 | 1·0017 | 0·45 | 0·45 | 1·0034 | 0·89 | 0·89 |
| 01 | 0·03 | 0·03 | 18 | 0·47 | 0·47 | 35 | 0·92 | 0·92 |
| 02 | 0·05 | 0·05 | 19 | 0·50 | 0·50 | 36 | 0·94 | 0·94 |
| 03 | 0·08 | 0·08 | 20 | 0·52 | 0·52 | 37 | 0·97 | 0·97 |
| 04 | 0·10 | 0·10 | 21 | 0·55 | 0·55 | 38 | 1·00 | 1·00 |
| 05 | 0·13 | 0·13 | 22 | 0·58 | 0·58 | 39 | 1·02 | 1·02 |
| 06 | 0·16 | 0·16 | 23 | 0·60 | 0·60 | 40 | 1·05 | 1·05 |
| 07 | 0·18 | 0·18 | 24 | 0·63 | 0·63 | 41 | 1·08 | 1·08 |
| 08 | 0·21 | 0·21 | 25 | 0.66 | 0·66 | 42 | 1·10 | 1·10 |
| 09 | 0·24 | 0·24 | 26 | 0·68 | 0·68 | 43 | 1·13 | 1·13 |
| 10 | 0·26 | 0·26 | 27 | 0·71 | 0·71 | 44 | 1·15 | 1·16 |
| 11 | 0·29 | 0·29 | 28 | 0·73 | 0·73 | 45 | 1·18 | 1·19 |
| 12 | 0·31 | 0·31 | 29 | 0·76 | 0·76 | 46 | 1·21 | 1·22 |
| 13 | 0·34 | 0·34 | 30 | 0·79 | 0·79 | 47 | 1·23 | 1·24 |
| 14 | 0·37 | 0·37 | 31 | 0·81 | 0·81 | 48 | 1·26 | 1·27 |
| 15 | 0·39 | 0·39 | 32 | 0·84 | 0·84 | 49 | 1·29 | 1·30 |
| 16 | 0·42 | 0·42 | 33 | 0·87 | 0·87 | 50 | 1·31 | 1·32 |

*) Post, Chem.-techn. Analyse, S. 825.

| Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt *g* | so ist der Extractgehalt in 100 *g* dieser Würze *g* | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze *g* | Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt *g* | so ist der Extractgehalt in 100 *g* dieser Würze *g* | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze *g* | Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt *g* | so ist der Extractgehalt in 100 *g* dieser Würze *g* | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze *g* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1·0051 | 1·34 | 1·35 | 1·0087 | 2·25 | 2·27 | 1·0123 | 3·17 | 3·21 |
| 52 | 1·36 | 1·37 | 88 | 2·28 | 2·30 | 24 | 3·20 | 3·24 |
| 53 | 1·39 | 1·40 | 89 | 2·30 | 2·32 | 25 | 3·23 | 3·27 |
| 54 | 1·41 | 1·42 | 90 | 2·33 | 2·35 | 26 | 3·25 | 3·29 |
| 55 | 1·44 | 1·45 | 91 | 2·35 | 2·37 | 27 | 3·28 | 3·32 |
| 56 | 1·46 | 1·47 | 92 | 2·38 | 2·40 | 28 | 3·30 | 3·34 |
| 57 | 1·49 | 1·50 | 93 | 2·41 | 2·43 | 29 | 3·33 | 3·37 |
| 58 | 1·51 | 1·52 | 94 | 2·43 | 2·45 | 30 | 3·35 | 3·39 |
| 59 | 1·54 | 1·55 | 95 | 2·46 | 2·48 | 31 | 3·38 | 3·42 |
| 60 | 1·56 | 1·57 | 96 | 2·48 | 2·50 | 32 | 3·41 | 3·46 |
| 61 | 1·59 | 1·60 | 97 | 2·51 | 2·53 | 33 | 3·43 | 3·48 |
| 62 | 1·62 | 1·63 | 98 | 2·53 | 2·55 | 34 | 3·46 | 3·51 |
| 63 | 1·64 | 1·65 | 99 | 2·56 | 2·59 | 35 | 3·48 | 3·53 |
| 64 | 1·67 | 1·68 | 1·0100 | 2·58 | 2·61 | 36 | 3·51 | 3·56 |
| 65 | 1·69 | 1·70 | 01 | 2·61 | 2·64 | 37 | 3·54 | 3·59 |
| 66 | 1·72 | 1·73 | 02 | 2·64 | 2·67 | 38 | 3·56 | 3·61 |
| 67 | 1·74 | 1·75 | 03 | 2·66 | 2·69 | 39 | 3·59 | 3·64 |
| 68 | 1·77 | 1·78 | 04 | 2·69 | 2·72 | 40 | 3·61 | 3·66 |
| 69 | 1·79 | 1·80 | 05 | 2·71 | 2·74 | 41 | 3·64 | 3·69 |
| 70 | 1·82 | 1·83 | 06 | 2·74 | 2·77 | 42 | 3·66 | 3·71 |
| 71 | 1·84 | 1·85 | 07 | 2·76 | 2·79 | 43 | 3·69 | 3·74 |
| 72 | 1·87 | 1·88 | 08 | 2·79 | 2·82 | 44 | 3·72 | 3·77 |
| 73 | 1·90 | 1·91 | 09 | 2·82 | 2·85 | 45 | 3·74 | 3·79 |
| 74 | 1·92 | 1·93 | 10 | 2·84 | 2·87 | 46 | 3·77 | 3·83 |
| 75 | 1·95 | 1·96 | 11 | 2·87 | 2·90 | 47 | 3·79 | 3·85 |
| 76 | 1·97 | 1·98 | 12 | 2·89 | 2·92 | 48 | 3·82 | 3·88 |
| 77 | 2·00 | 2·02 | 13 | 2·92 | 2·95 | 49 | 3·85 | 3·91 |
| 78 | 2·02 | 2·04 | 14 | 2·94 | 2·97 | 50 | 3·87 | 3·93 |
| 79 | 2·05 | 2·07 | 15 | 2·97 | 3·00 | 51 | 3·90 | 3·96 |
| 80 | 2·07 | 2·09 | 16 | 2·99 | 3·02 | 52 | 3·92 | 3·98 |
| 81 | 2·10 | 2·12 | 17 | 3·02 | 3·06 | 53 | 3·95 | 4·01 |
| 82 | 2·12 | 2·14 | 18 | 3·05 | 3·09 | 54 | 3·97 | 4·03 |
| 83 | 2·15 | 2·17 | 19 | 3·07 | 3·11 | 55 | 4·00 | 4·06 |
| 84 | 2·17 | 2·19 | 20 | 3·10 | 3·14 | 56 | 4·03 | 4·09 |
| 85 | 2·20 | 2·22 | 21 | 3·12 | 3·16 | 57 | 4·05 | 4·11 |
| 86 | 2·23 | 2·25 | 22 | 3·15 | 3·19 | 58 | 4·08 | 4·14 |

| Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt *g* | so ist der Extractgehalt in 100 *g* dieser Würze *g* | 100 $cm^3$ dieser Würze *g* | Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt *g* | so ist der Extractgehalt in 100 *g* dieser Würze *g* | 100 $cm^3$ dieser Würze *g* | Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt *g* | so ist der Extractgehalt in 100 *g* dieser Würze *g* | 100 $cm^3$ dieser Würze *g* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1·0159 | 4·10 | 4·17 | 1·0195 | 5·06 | 5·16 | 1·0231 | 5·97 | 6·11 |
| 60 | 4·13 | 4·20 | 96 | 5·09 | 5·19 | 32 | 5·99 | 6·13 |
| 61 | 4·16 | 4·23 | 97 | 5·12 | 5·22 | 33 | 6·02 | 6·16 |
| 62 | 4·18 | 4·25 | 98 | 5·15 | 5·25 | 34 | 6·04 | 6·18 |
| 63 | 4·21 | 4·28 | 99 | 5·17 | 5·27 | 35 | 6·07 | 6·21 |
| 64 | 4·23 | 4·30 | 1·0200 | 5·20 | 5·30 | 36 | 6·09 | 6·23 |
| 65 | 4·26 | 4·33 | 01 | 5·23 | 5·34 | 37 | 6·11 | 6·25 |
| 66 | 4·28 | 4·35 | 02 | 5·25 | 5·36 | 38 | 6·14 | 6·29 |
| 67 | 4·31 | 4·38 | 03 | 5·28 | 5·39 | 39 | 6·16 | 6·31 |
| 68 | 4·34 | 4·41 | 04 | 5·30 | 5·41 | 40 | 6·19 | 6·34 |
| 69 | 4·36 | 4·43 | 05 | 5·33 | 5·44 | 41 | 6·21 | 6·36 |
| 70 | 4·39 | 4·46 | 06 | 5·35 | 5·46 | 42 | 6·24 | 6·39 |
| 71 | 4·42 | 4·50 | 07 | 5·38 | 5·49 | 43 | 6·26 | 6·41 |
| 72 | 4·44 | 4·52 | 08 | 5·40 | 5·51 | 44 | 6·29 | 6·44 |
| 73 | 4·47 | 4·55 | 09 | 5·43 | 5·54 | 45 | 6·31 | 6·46 |
| 74 | 4·50 | 4·58 | 10 | 5·45 | 5·56 | 46 | 6·34 | 6·50 |
| 75 | 4·53 | 4·61 | 11 | 5·48 | 5·60 | 47 | 6·36 | 6·52 |
| 76 | 4·55 | 4·63 | 12 | 5·50 | 5·62 | 48 | 6·39 | 6·55 |
| 77 | 4·58 | 4·66 | 13 | 5·53 | 5·65 | 49 | 6·41 | 6·57 |
| 78 | 4·61 | 4·69 | 14 | 5·55 | 5·67 | 50 | 6·44 | 6·60 |
| 79 | 4·63 | 4·71 | 15 | 5·57 | 5·69 | 51 | 6·47 | 6·63 |
| 80 | 4·66 | 4·74 | 16 | 5·60 | 5·72 | 52 | 6·50 | 6·66 |
| 81 | 4·69 | 4·77 | 17 | 5·62 | 5·74 | 53 | 6·52 | 6·68 |
| 82 | 4·71 | 4·80 | 18 | 5·65 | 5·77 | 54 | 6·55 | 6·72 |
| 83 | 4·74 | 4·83 | 19 | 5·67 | 5·79 | 55 | 6·58 | 6·75 |
| 84 | 4·77 | 4·86 | 20 | 5·70 | 5·83 | 56 | 6·61 | 6·78 |
| 85 | 4·79 | 4·88 | 21 | 5·72 | 5·85 | 57 | 6·63 | 6·80 |
| 86 | 4·82 | 4·91 | 22 | 5·75 | 5·88 | 58 | 6·66 | 6·83 |
| 87 | 4·85 | 4·94 | 23 | 5·77 | 5·90 | 59 | 6·69 | 6·86 |
| 88 | 4·88 | 4·97 | 24 | 5·80 | 5·93 | 60 | 6·71 | 6·88 |
| 89 | 4·90 | 4·99 | 25 | 5·82 | 5·95 | 61 | 6·74 | 6·92 |
| 90 | 4·93 | 5·02 | 26 | 5·84 | 5·97 | 62 | 6·77 | 6·95 |
| 91 | 4·96 | 5·05 | 27 | 5·87 | 6·00 | 63 | 6·80 | 6·98 |
| 92 | 4·98 | 5·08 | 28 | 5·89 | 6·02 | 64 | 6·82 | 7·00 |
| 93 | 5·01 | 5·11 | 29 | 5·92 | 6·06 | 65 | 6·85 | 7·03 |
| 94 | 5·04 | 5·14 | 30 | 5·94 | 6·08 | 66 | 6·88 | 7·06 |

| Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze $g$ | Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze $g$ | Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze $g$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1·0267 | 6·91 | 7·09 | 1·0303 | 7·77 | 8·01 | 1·0339 | 8·64 | 8·93 |
| 68 | 6·93 | 7·12 | 04 | 7·80 | 8·04 | 40 | 8·67 | 8·96 |
| 69 | 6·96 | 7·15 | 05 | 7·82 | 8·06 | 41 | 8·70 | 9·00 |
| 70 | 6·99 | 7·18 | 06 | 7·84 | 8·08 | 42 | 8·72 | 9·02 |
| 71 | 7·01 | 7·20 | 07 | 7·86 | 8·10 | 43 | 8·75 | 9·05 |
| 72 | 7·04 | 7·23 | 08 | 7·89 | 8·13 | 44 | 8·78 | 9·08 |
| 73 | 7·07 | 7·26 | 09 | 7·91 | 8·15 | 45 | 8·80 | 9·10 |
| 74 | 7·10 | 7·29 | 10 | 7·93 | 8·18 | 46 | 8·83 | 9·14 |
| 75 | 7·12 | 7·32 | 11 | 7·95 | 8·20 | 47 | 8·86 | 9·17 |
| 76 | 7·15 | 7·35 | 12 | 7·98 | 8·23 | 48 | 8·88 | 9·19 |
| 77 | 7·18 | 7·38 | 13 | 8·00 | 8·25 | 49 | 8·91 | 9·22 |
| 78 | 7·21 | 7·41 | 14 | 8·02 | 8·27 | 50 | 8·94 | 9·25 |
| 79 | 7·23 | 7·43 | 15 | 8·04 | 8·29 | 51 | 8·97 | 9·28 |
| 80 | 7·26 | 7·46 | 16 | 8·07 | 8·33 | 52 | 8·99 | 9·31 |
| 81 | 7·28 | 7·48 | 17 | 8·09 | 8·35 | 53 | 9·02 | 9·34 |
| 82 | 7·30 | 7·51 | 18 | 8·11 | 8·37 | 54 | 9·05 | 9·37 |
| 83 | 7·33 | 7·54 | 19 | 8·13 | 8·39 | 55 | 9·07 | 9·39 |
| 84 | 7·35 | 7·56 | 20 | 8·16 | 8·42 | 56 | 9·10 | 9·42 |
| 85 | 7·37 | 7·58 | 21 | 8·18 | 8·44 | 57 | 9·13 | 9·46 |
| 86 | 7·39 | 7·60 | 22 | 8·20 | 8·46 | 58 | 9·15 | 9·48 |
| 87 | 7·42 | 7·63 | 23 | 8·22 | 8·49 | 59 | 9·18 | 9·51 |
| 88 | 7·44 | 7·65 | 24 | 8·25 | 8·52 | 60 | 9·21 | 9·54 |
| 89 | 7·46 | 7·68 | 25 | 8·27 | 8·54 | 61 | 9·24 | 9·57 |
| 90 | 7·48 | 7·70 | 26 | 8·29 | 8·56 | 62 | 9·26 | 9·60 |
| 91 | 7·51 | 7·73 | 27 | 8·32 | 8·59 | 63 | 9·29 | 9·63 |
| 92 | 7·53 | 7·75 | 28 | 8·34 | 8·61 | 64 | 9·31 | 9·65 |
| 93 | 7·55 | 7·77 | 29 | 8·37 | 8·65 | 65 | 9·34 | 9·68 |
| 94 | 7·57 | 7·79 | 30 | 8·40 | 8·68 | 66 | 9·36 | 9·70 |
| 95 | 7·60 | 7·82 | 31 | 8·43 | 8·71 | 67 | 9·38 | 9·72 |
| 96 | 7·62 | 7·85 | 32 | 8·45 | 8·73 | 68 | 9·41 | 9·76 |
| 97 | 7·64 | 7·87 | 33 | 8·48 | 8·76 | 69 | 9·43 | 9·78 |
| 98 | 7·66 | 7·89 | 34 | 8·51 | 8·79 | 70 | 9·45 | 9·80 |
| 99 | 7·69 | 7·92 | 35 | 8·53 | 8·82 | 71 | 9·48 | 9·83 |
| 1·0300 | 7·71 | 7·94 | 36 | 8·56 | 8·85 | 72 | 9·50 | 9·85 |
| 01 | 7·73 | 7·96 | 37 | 8·59 | 8·88 | 73 | 9·52 | 9·88 |
| 02 | 7·75 | 7·98 | 38 | 8·61 | 8·90 | 74 | 9·55 | 9·91 |

| Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze | Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze | Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | $g$ | $g$ | | $g$ | $g$ | | $g$ | $g$ |
| 1·0375 | 9·57 | 9·93 | 1·0411 | 10·42 | 10·85 | 1·0447 | 11·33 | 11·84 |
| 76 | 9·59 | 9·95 | 12 | 10·45 | 10·88 | 48 | 11·35 | 11·86 |
| 77 | 9·62 | 9·98 | 13 | 10·47 | 10·90 | 49 | 11·38 | 11·89 |
| 78 | 9·64 | 10·00 | 14 | 10·50 | 10·93 | 50 | 11·40 | 11·91 |
| 79 | 9·66 | 10·03 | 15 | 10·52 | 10·96 | 51 | 11·43 | 11·95 |
| 80 | 9·69 | 10·06 | 16 | 10·55 | 10·99 | 52 | 11·45 | 11·97 |
| 81 | 9·71 | 10·08 | 17 | 10·57 | 11·01 | 53 | 11·48 | 12·00 |
| 82 | 9·73 | 10·10 | 18 | 10·60 | 11·04 | 54 | 11·50 | 12·02 |
| 83 | 9·76 | 10·13 | 19 | 10·62 | 11·06 | 55 | 11·53 | 12·05 |
| 84 | 9·78 | 10·16 | 20 | 10·65 | 11·10 | 56 | 11·55 | 12·08 |
| 85 | 9.81 | 10·19 | 21 | 10·67 | 11·12 | 57 | 11·57 | 12·10 |
| 86 | 9·83 | 10·21 | 22 | 10·70 | 11·15 | 58 | 11·60 | 12·13 |
| 87 | 9·85 | 10·23 | 23 | 10·72 | 11·17 | 59 | 11·62 | 12·15 |
| 88 | 9·88 | 10·26 | 24 | 10·75 | 11·21 | 60 | 11·65 | 12·19 |
| 89 | 9·90 | 10·29 | 25 | 10·77 | 11·23 | 61 | 11·67 | 12·21 |
| 90 | 9·92 | 10·31 | 26 | 10·80 | 11·26 | 62 | 11·70 | 12·24 |
| 91 | 9·95 | 10·34 | 27 | 10·82 | 11·28 | 63 | 11·72 | 12·26 |
| 92 | 9·97 | 10·36 | 28 | 10·85 | 11·31 | 64 | 11·75 | 12·30 |
| 93 | 9·99 | 10·38 | 29 | 10·88 | 11·35 | 65 | 11·77 | 12·32 |
| 94 | 10·02 | 10·41 | 30 | 10·90 | 11·37 | 66 | 11·79 | 12·34 |
| 95 | 10·04 | 10·44 | 31 | 10·93 | 11·40 | 67 | 11·82 | 12·37 |
| 96 | 10·06 | 10·46 | 32 | 10·95 | 11·42 | 68 | 11·84 | 12·39 |
| 97 | 10·09 | 10·49 | 33 | 10·98 | 11·46 | 69 | 11·87 | 12·43 |
| 98 | 10·11 | 10·51 | 34 | 11·00 | 11·48 | 70 | 11·89 | 12·45 |
| 99 | 10·13 | 10·53 | 35 | 11·03 | 11·51 | 71 | 11·92 | 12·48 |
| 1·0400 | 10·16 | 10·57 | 36 | 11·05 | 11·53 | 72 | 11·94 | 12·50 |
| 01 | 10·18 | 10·59 | 37 | 11·08 | 11·56 | 73 | 11·97 | 12·54 |
| 02 | 10·20 | 10·61 | 38 | 11·10 | 11·59 | 74 | 11·99 | 12·56 |
| 03 | 10·23 | 10·64 | 39 | 11·13 | 11·62 | 75 | 12·01 | 12·58 |
| 04 | 10·25 | 10·66 | 40 | 11·15 | 11·64 | 76 | 12·04 | 12·61 |
| 05 | 10·27 | 10·69 | 41 | 11·18 | 11·67 | 77 | 12·06 | 12·64 |
| 06 | 10·30 | 10·72 | 42 | 11·20 | 11·70 | 78 | 12·09 | 12·67 |
| 07 | 10·32 | 10·74 | 43 | 11·23 | 11·73 | 79 | 12·11 | 12·69 |
| 08 | 10·35 | 10·77 | 44 | 11·25 | 11·75 | 80 | 12·14 | 12·72 |
| 09 | 10·37 | 10·79 | 45 | 11·28 | 11·78 | 81 | 12·16 | 12·74 |
| 10 | 10·40 | 10·83 | 46 | 11·30 | 11·80 | 82 | 12·19 | 12·78 |

| Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze $g$ | Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze $g$ | Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze $g$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1·0483 | 12·21 | 12·80 | 1·0519 | 13·09 | 13·77 | 1·0555 | 13·98 | 14·76 |
| 84 | 12·23 | 12·82 | 20 | 13·12 | 13·80 | 56 | 14·01 | 14·79 |
| 85 | 12·26 | 12·85 | 21 | 13·14 | 13·82 | 57 | 14·03 | 14·81 |
| 86 | 12·28 | 12·88 | 22 | 13·16 | 13·85 | 58 | 14·06 | 14·84 |
| 87 | 12·31 | 12·91 | 23 | 13·19 | 13·88 | 59 | 14·08 | 14·87 |
| 88 | 12·33 | 12·93 | 24 | 13·21 | 13·90 | 60 | 14·11 | 14·90 |
| 89 | 12·36 | 12·96 | 25 | 13·24 | 13·94 | 61 | 14·13 | 14·92 |
| 90 | 12·38 | 12·99 | 26 | 13·26 | 13·96 | 62 | 14·16 | 14·96 |
| 91 | 12·41 | 13·02 | 27 | 13·29 | 13·99 | 63 | 14·18 | 14·98 |
| 92 | 12·43 | 13·04 | 28 | 13·31 | 14·01 | 64 | 14·21 | 15·01 |
| 93 | 12·45 | 13·06 | 29 | 13·34 | 14·05 | 65 | 14·23 | 15·03 |
| 94 | 12·48 | 13·10 | 30 | 13·36 | 14·07 | 66 | 14·26 | 15·07 |
| 95 | 12·50 | 13·12 | 31 | 13·38 | 14·09 | 67 | 14·28 | 15·09 |
| 96 | 12·53 | 13·15 | 32 | 13·41 | 14·12 | 68 | 14·31 | 15·12 |
| 97 | 12·55 | 13·17 | 33 | 13·43 | 14·15 | 69 | 14·33 | 15·15 |
| 98 | 12·58 | 13·21 | 34 | 13·46 | 14·18 | 70 | 14·36 | 15·18 |
| 99 | 12·60 | 13·23 | 35 | 13·48 | 14·20 | 71 | 14·38 | 15·20 |
| 1·0500 | 12·63 | 13·26 | 36 | 13·51 | 14·23 | 72 | 14·41 | 15·23 |
| 01 | 12·65 | 13·28 | 37 | 13·53 | 14·26 | 73 | 14·44 | 15·27 |
| 02 | 12·67 | 13·31 | 38 | 13·56 | 14·29 | 74 | 14·46 | 15·29 |
| 03 | 12·70 | 13·34 | 39 | 13·58 | 14·31 | 75 | 14·49 | 15·32 |
| 04 | 12·72 | 13·36 | 40 | 13·61 | 14·34 | 76 | 14·52 | 15·36 |
| 05 | 12·75 | 13·39 | 41 | 13·63 | 14·37 | 77 | 14·54 | 15·38 |
| 06 | 12·77 | 13·42 | 42 | 13·66 | 14·40 | 78 | 14·57 | 15·41 |
| 07 | 12·80 | 13·45 | 43 | 13·68 | 14·42 | 79 | 14·59 | 15·43 |
| 08 | 12·82 | 13·47 | 44 | 13·71 | 14·46 | 80 | 14·62 | 15·47 |
| 09 | 12·85 | 13·50 | 45 | 13·73 | 14·48 | 81 | 14·65 | 15·50 |
| 10 | 12·87 | 13·53 | 46 | 13·76 | 14·51 | 82 | 14·67 | 15·52 |
| 11 | 12·90 | 13·56 | 47 | 13·78 | 14·53 | 83 | 14·70 | 15·56 |
| 12 | 12·92 | 13·58 | 48 | 13·81 | 14·57 | 84 | 14·73 | 15·59 |
| 13 | 12·94 | 13·60 | 49 | 13·83 | 14·59 | 85 | 14·75 | 15·61 |
| 14 | 12·97 | 13.64 | 50 | 13·86 | 14·62 | 86 | 14·78 | 15·65 |
| 15 | 12·99 | 13·66 | 51 | 13·88 | 14·64 | 87 | 14·81 | 15·68 |
| 16 | 13·02 | 13·69 | 52 | 13·91 | 14·68 | 88 | 14·83 | 15·70 |
| 17 | 13·04 | 13·71 | 53 | 13·93 | 14·70 | 89 | 14·86 | 15·74 |
| 18 | 13·07 | 13·75 | 54 | 13·96 | 14·73 | 90 | 14·89 | 15·77 |

| Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze $g$ | Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze $g$ | Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze $g$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ·0591 | 14·91 | 15·79 | 1·0627 | 15·74 | 16·73 | 1·0663 | 16·57 | 17·67 |
| 92 | 14·94 | 15·82 | 28 | 15·76 | 16·75 | 64 | 16·59 | 17·69 |
| 93 | 14·96 | 15·85 | 29 | 15·78 | 16·77 | 65 | 16·62 | 17·73 |
| 94 | 14·99 | 15·88 | 30 | 15·80 | 16·80 | 66 | 16·64 | 17·75 |
| 95 | 15·02 | 15·91 | 31 | 15·83 | 16·83 | 67 | 16·67 | 17·78 |
| 96 | 15·04 | 15·94 | 32 | 15·85 | 16·85 | 68 | 16·69 | 17·80 |
| 97 | 15·07 | 15·97 | 33 | 15·87 | 16·87 | 69 | 16·72 | 17·84 |
| 98 | 15·09 | 15·99 | 34 | 15·89 | 16·90 | 70 | 16·74 | 17·86 |
| 99 | 15·11 | 16·02 | 35 | 15·92 | 16·93 | 71 | 16·76 | 17·88 |
| ·0600 | 15·14 | 16·05 | 36 | 15·94 | 16·95 | 72 | 16·79 | 17·92 |
| 01 | 15·16 | 16·07 | 37 | 15·96 | 16·98 | 73 | 16·81 | 17·94 |
| 02 | 15·18 | 16·09 | 38 | 15·98 | 17·00 | 74 | 16·84 | 17·98 |
| 03 | 15·20 | 16·12 | 39 | 16·01 | 17·03 | 75 | 16·86 | 18·00 |
| 04 | 15·23 | 16·15 | 40 | 16·03 | 17·06 | 76 | 16·89 | 18·03 |
| 05 | 15·25 | 16·17 | 41 | 16·05 | 17·08 | 77 | 16·91 | 18·05 |
| 06 | 15·27 | 16·20 | 42 | 16·07 | 17·10 | 78 | 16·94 | 18·09 |
| 07 | 15·29 | 16·22 | 43 | 16·09 | 17·12 | 79 | 16·96 | 18·11 |
| 08 | 15·31 | 16·24 | 44 | 16·12 | 17·16 | 80 | 16·99 | 18·15 |
| 09 | 15·34 | 16·27 | 45 | 16·14 | 17·18 | 81 | 17·01 | 18·17 |
| 10 | 15·36 | 16·30 | 46 | 16·16 | 17·20 | 82 | 17·03 | 18·19 |
| 11 | 15·38 | 16·32 | 47 | 16·18 | 17·23 | 83 | 17·06 | 18·23 |
| 12 | 15·40 | 16·34 | 48 | 16·21 | 17·26 | 84 | 17·08 | 18·25 |
| 13 | 15·43 | 16·38 | 49 | 16·23 | 17·28 | 85 | 17·11 | 18·28 |
| 14 | 15·45 | 16·40 | 50 | 16·25 | 17·31 | 86 | 17·13 | 18·31 |
| 15 | 15·47 | 16·42 | 51 | 16·27 | 17·33 | 87 | 17·16 | 18·34 |
| 16 | 15·49 | 16·44 | 52 | 16·30 | 17·36 | 88 | 17·18 | 18·36 |
| 17 | 15·52 | 16·48 | 53 | 16·32 | 17·39 | 89 | 17·21 | 18·40 |
| 18 | 15·54 | 16·50 | 54 | 16·35 | 17·42 | 90 | 17·23 | 18·42 |
| 19 | 15·56 | 16·52 | 55 | 16·37 | 17·44 | 91 | 17·25 | 18·44 |
| 20 | 15·58 | 16·55 | 56 | 16·40 | 17·48 | 92 | 17·28 | 18·48 |
| 21 | 15·60 | 16·57 | 57 | 16·42 | 17·50 | 93 | 17·30 | 18·50 |
| 22 | 15·63 | 16·60 | 58 | 16·45 | 17·53 | 94 | 17·33 | 18·53 |
| 23 | 15·65 | 16·62 | 59 | 16·47 | 17·56 | 95 | 17·35 | 18·56 |
| 24 | 15·67 | 16·64 | 60 | 16·50 | 17·59 | 96 | 17·38 | 18·59 |
| 25 | 15·69 | 16·66 | 61 | 16·52 | 17·61 | 97 | 17·40 | 18·61 |
| 26 | 15·72 | 16·70 | 62 | 16·54 | 17·63 | 98 | 17·43 | 18·65 |

| Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze $g$ | Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $cm^3$ dieser Würze $g$ | Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so is[t der] Extrac[tgehalt] i[n] 100 $g$ dieser $g$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1·0699 | 17·45 | 18·67 | 1·0735 | 18·26 | 19·60 | 1·0771 | 19·04 |
| 1·0700 | 17·48 | 18·70 | 36 | 18·29 | 19·64 | 72 | 19·06 |
| 01 | 17·50 | 18·73 | 37 | 18·31 | 19·66 | 73 | 19·08 |
| 02 | 17·52 | 18·75 | 38 | 18·33 | 19·68 | 74 | 19·10 |
| 03 | 17·54 | 18·77 | 39 | 18·35 | 19·71 | 75 | 19·12 |
| 04 | 17·57 | 18·81 | 40 | 18·38 | 19·74 | 76 | 19·14 |
| 05 | 17·59 | 18·83 | 41 | 18·40 | 19·76 | 77 | 19·17 |
| 06 | 17·61 | 18·85 | 42 | 18·42 | 19·79 | 78 | 19·19 |
| 07 | 17·63 | 18·88 | 43 | 18·44 | 19·81 | 79 | 19·21 |
| 08 | 17·66 | 18·91 | 44 | 18·47 | 19·84 | 80 | 19·23 |
| 09 | 17·68 | 18·93 | 45 | 18·49 | 19·87 | 81 | 19·25 |
| 10 | 17·70 | 18·96 | 46 | 18·51 | 19·89 | 82 | 19·27 |
| 11 | 17·72 | 18·98 | 47 | 18·53 | 19·91 | 83 | 19·29 |
| 12 | 17·75 | 19·01 | 48 | 18·55 | 19·94 | 84 | 19·31 |
| 13 | 17·77 | 19·04 | 49 | 18·57 | 19·96 | 85 | 19·33 |
| 14 | 17·79 | 19·06 | 50 | 18·59 | 19·98 | 86 | 19·36 |
| 15 | 17·81 | 19·08 | 51 | 18·62 | 20·02 | 87 | 19·38 |
| 16 | 17·84 | 19·12 | 52 | 18·64 | 20·04 | 88 | 19·40 |
| 17 | 17·86 | 19·14 | 53 | 18·66 | 20·07 | 89 | 19·42 |
| 18 | 17·88 | 19·16 | 54 | 18·68 | 20·09 | 90 | 19·44 |
| 19 | 17·90 | 19·19 | 55 | 18·70 | 20·11 | 91 | 19·46 |
| 20 | 17·93 | 19·22 | 56 | 18·72 | 20·14 | 92 | 19·49 |
| 21 | 17·95 | 19·24 | 57 | 18·74 | 20·16 | 93 | 19·51 |
| 22 | 17·97 | 19·27 | 58 | 18·76 | 20·18 | 94 | 19·53 |
| 23 | 17·99 | 19·29 | 59 | 18·78 | 20·21 | 95 | 19·56 |
| 24 | 18·02 | 19·32 | 60 | 18·81 | 20·24 | 96 | 19·58 |
| 25 | 18·04 | 19·35 | 61 | 18·83 | 20·26 | 97 | 19·60 |
| 26 | 18·06 | 19·37 | 62 | 18·85 | 20·29 | 98 | 19·63 |
| 27 | 18·08 | 19·39 | 63 | 18·87 | 20·31 | 99 | 19·65 |
| 28 | 18·11 | 19·43 | 64 | 18·89 | 20·33 | 1·0800 | 19·67 |
| 29 | 18·13 | 19·45 | 65 | 18·91 | 20·36 | 01 | 19·70 |
| 30 | 18·15 | 19·47 | 66 | 18·93 | 20·38 | 02 | 19·72 |
| 31 | 18·17 | 19·50 | 67 | 18·95 | 20·40 | 03 | 19·74 |
| 32 | 18·20 | 19·53 | 68 | 18·97 | 20·43 | 04 | 19·77 |
| 33 | 18·22 | 19·55 | 69 | 19·00 | 20·46 | 05 | 19·79 |
| 34 | 18·24 | 19·58 | 70 | 19·02 | 20·48 | 06 | 19·81 |

| Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze $g$ | 100 $cm^3$ dieser Würze $g$ | Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze $g$ | 100 $cm^3$ dieser Würze $g$ | Wenn 1 titrimtr. $cm^3$ klarer Würze bei 15° C. wiegt $g$ | so ist der Extractgehalt in 100 $g$ dieser Würze $g$ | 100 $cm^3$ dieser Würze $g$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1·0807 | 19·84 | 21·43 | 1·0815 | 20·03 | 21·66 | 1·0823 | 20·21 | 21·87 |
| 08 | 19·86 | 21·46 | 16 | 20·05 | 21·69 | 24 | 20·24 | 21·91 |
| 09 | 19·88 | 21·49 | 17 | 20·07 | 21·71 | 25 | 20·26 | 21·93 |
| 10 | 19·91 | 21·52 | 18 | 20·10 | 21·74 | 26 | 20·28 | 21·96 |
| 11 | 19·93 | 21·55 | 19 | 20·12 | 21·77 | 27 | 20·31 | 21·99 |
| 12 | 19·96 | 21·58 | 20 | 20·14 | 21·79 | 28 | 20·33 | 22·01 |
| 13 | 19·98 | 21·60 | 21 | 20·17 | 21·83 | | | |
| 14 | 20·00 | 21·63 | 22 | 20·19 | 21·85 | | | |

Das Verfahren selbst gründet sich auf das Verhältnis zwischen Wasser und Extract in der Maische, beziehungsweise im Filtrate derselben.

Bezeichnen wir mit $p$ die dem ermittelten specifischen Gewichte entsprechende Extractprocentzahl der Würze, mit $H$ die zugewogene Maischwassermenge und mit $h$ den Wassergehalt in 100 $g$ Malz (corrigiert durch das Wasser der præexistierenden Maltose, auch $H$ muss corrigiert werden, und zwar um das Gewicht des Wassers, welches beim Übergange der Stärke in Maltose aufgenommen wurde), so berechnet sich der Extractgehalt in den zur Bestimmung verwendeten 50 $g$ Malz nach der Proportion

$$(100 - p) : p = (H + \frac{h}{2}) : x,$$

woraus sich ergibt:

$$x = \frac{p\,(H + \frac{h}{2})}{100 - p}.$$

Um den Extractgehalt, in Procenten ausgedrückt, zu erfahren, ist das Product dieser Rechnung natürlich mit zwei zu multiplicieren.

Das Verfahren von Zulkowsky und die Zweifiltrationsmethode seien hier nur erwähnt.

Es ist selbstverständlich, dass Laboratoriumsausbeuten mit denen der Brauerei nicht übereinstimmen und dass letztere immer um einige Procente niedriger ausfallen. Ferner ist sowohl die Zeitdauer des Maischens, als auch die Art des

Erhitzens anzugeben, da zwei Versuche nur dann übereinstimmende Resultate ergeben, wenn die gleichen Bedingungen mit der grösstmöglichsten Sorgfalt eingehalten werden.

## Untersuchung der Würze.

In der Würze sind folgende Bestimmungen auszuführen:

### VI. Bestimmung der Maltose.

Diese Bestimmung wird nach E. Wein (siehe Dextrin) vorgenommen.

Man bezeichnet öfters auch das Verhältnis von Zucker (Maltose $m$) zu Nichtzucker (den übrigen Bestandtheilen des Malzextractes). Bedeutet $p$ den Extractprocentgehalt der Würze, dann rechnet sich dieses Verhältnis, wie folgt:

$$m : (p - m) = 1 : \left(\frac{p}{m} - 1\right).$$

$$\frac{m}{p - m} = \frac{1}{\frac{p}{m} - 1}.$$

### VII. Bestimmung des Dextrins.

Eine gewogene Menge Würze wird im Lintner'schen Druckfläschchen oder in einer zugeschmolzenen Röhre mit Schwefelsäure (160 $g$ $SO_3$ im Liter) versetzt und durch sechs Stunden bei 110° C. im Paraffinbade erhitzt. (Auf 10 $cm^3$ circa 5procentiger Würze 1·5 $cm^3$ Schwefelsäure.)

Nach dem Neutralisieren und Verdünnen bestimmt man die Dextrose ($D$) nach Allihn, zieht von derselben die aus der Maltose ($M$) entstandene Dextrose ab, multipliciert diese Differenz mit 0·9 und erhält so das Dextrin ($D^r$):

$$D^r = (D - 1{\cdot}05\ M)\ 0{\cdot}9.$$

19 Theile Maltose entsprechen 20 Theilen Dextrose.

### VIII. Bestimmung des Stickstoffs und der Eiweisssubstanzen (Proteïnstoffe).

Eine gewogene Menge Würze wird mit Sand unter öfterem Umrühren der Masse eingedampft, getrocknet und in dieser

Masse der Stickstoff bestimmt; wird derselbe mit 6·25 multipliciert, so erhält man die sogenannten Proteïnstoffe.

## IX. Bestimmung der Säuren.

Eine gewogene oder gemessene Menge Würze wird mit Wasser verdünnt und mit $\frac{n}{10}$ — Normallauge, mit Benützung von Phenolphthaleïn als Indicator titriert. Das Resultat wird entweder in $cm^3$ $\frac{n}{10}$ — Normallauge oder in Procenten Milchsäure angegeben.

## X. Bestimmung der Asche und der Phosphorsäure.

Diese Bestimmungen sind auf bekannte Weise vorzunehmen.

## XI. Bestimmung der Viscosität (Vollmundigkeit).*)

Die Viscosität ($V$) wird gefunden, indem man die Zeit ($z$), welche ein gewisses Volum der durch Wasserzusatz auf eine 8procentige Extractlösung gebrachten Würze zum Ausfluss aus dem Viscosimeter braucht, mit der Zeit ($z'$) vergleicht, welche ein gleiches Volum Wasser zum Ausfliessen bedarf.

Wird die Vollmundigkeit des Wassers = 100 gesetzt, so ist:

$$V = \frac{100\,z}{z'}.$$

Zu der Bestimmung kann man sich des Reischauer'schen Viscosimeters, modificiert von Aubry**) (*Fig. 12*), bedienen.

Die Pipette ($P$) wird mit Würze oder Wasser gefüllt, der Röhrenpfropfen ($p$) aufgesetzt und die Flüssigkeit durch die enge Röhre der Pipette in das Kölbchen $K$ abfliessen gelassen, während man genau die Zeit beobachtet. Die Pipette ist von Wasser (17·5° C.), welches sich in dem Gefässe ($G$) befindet, umgeben.

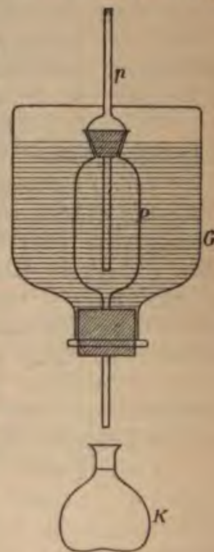


*Fig. 12.*

*) Bairisch. Bierbrauer 1873, S. 36.

**) Zeitschrift f. d. ges. Brauwes. 1874, S. 395, und Post, Chem.-techn. Analyse, S. 381.

## XII. Bestimmung der Diastasewirkung des Malzes (Fermentativ-Vermögen).

Vereinfachte Kjeldahl'sche Methode nach C. J. Lintner.*)

Zur Ausführung der Probe bezüglich des Fermentativ-Vermögens ist es erforderlich, sich eine Probeflüssigkeit zu bereiten.

Um 100 *cm*³ Versuchsflüssigkeit zu erhalten, wiegt man in einer Medicinalflasche von grünem Glase 2 *g* lufttrockene Kartoffelstärke ab, setzt 10 *cm*³ einer $^1/_{10}$procentigen Salzsäure und circa 60 *cm*³ Wasser zu und erhitzt die gut verkorkte Flasche 30 Minuten im kochenden Wasserbade. Nach Ablauf dieser Zeit ist die Stärke gelöst und man hat nun eine zwar opalisierende, aber leicht bewegliche Flüssigkeit, welche Fehling'sche Lösung kaum reduciert. Die Säure wird durch 10 *cm*³ einer $^1/_{10}$procentigen Natronlauge genau neutralisiert und nun zu 100 *cm*³ aufgefüllt.

Statt auf diese Weise die Versuchsflüssigkeit jedesmal frisch zu bereiten, ist es zweckmässig, lösliche Stärke in grösseren Quantitäten darzustellen und von dem trockenen Präparate die erforderliche Menge abzuwiegen.

Ein geeignetes Präparat von löslicher Stärke erhält man folgendermassen: Eine beliebige Quantität Prima-Kartoffelstärke wird mit 7·5procentiger Salzsäure gemischt, so dass die Säure über der Stärke steht. Nach 7tägigem Stehen bei gewöhnlicher Temperatur oder 3tägigem Stehen bei 40° C. hat die Stärke ihre Fähigkeit, Kleister zu bilden, verloren. Die Structur der Stärke ist — vereinzelte Risse abgerechnet — unverändert geblieben. Man wäscht die Stärke durch Decantation mit kaltem Wasser so lange aus, bis empfindliches Lackmuspapier eine kaum merkliche saure Reaction anzeigt, saugt das Wasser möglichst ab und trocknet die Stärke an der Luft. Man erhält so ein Präparat, das in heissem Wasser leicht und klar löslich ist. Fehling'sche Lösung wird in äusserst geringem Masse reduciert, welcher Umstand bei der Verwendung der Stärke indessen nicht berücksichtigt zu werden braucht. Soll nun Malz auf seine Diastasewirkung geprüft werden, so extrahiert man 25 *g* (Darrmalz fein gemahlen, Grünmalz sorgfältig zerquetscht) mit 500 *cm*³ Wasser 6 Stunden lang bei gewöhnlicher

---

*) Journal f. prakt. Chemie 1886, Nr. 19 u. 20, S. 378.
" " " " 1887, " 22, S. 481.

Temperatur; diese Zeit genügt nach Kjeldahl, um die Diastase völlig in Lösung zu bringen. Durch drei- bis viermaliges Aufgiessen erhält man leicht ein klares Filtrat. Bei Grünmalz ist es zur Erreichung einer grösseren Genauigkeit erforderlich, das Filtrat vor seiner Verwendung zur Analyse auf das doppelte Volumen zu verdünnen. — Die Ausführung der Bestimmung geschieht dann in der Weise, dass man in 10 Reagierröhrchen, die sich in einem zweckentsprechenden Halter befinden, je 10 $cm^3$ der Versuchsflüssigkeit — 2 *g* Stärke in 100 $cm^3$ Wasser — bringt; man lässt dann der Reihe nach 0·1, 0·2, 0·3 u. s. w. bis 10 $cm^3$ Malzextract zufliessen, schüttelt gut durch und lässt bei Zimmertemperatur die Diastase 1 Stunde wirken. Nach Ablauf dieser Zeit gibt man in jedes Röhrchen 5 $cm^3$ Fehling'scher Lösung, schüttelt wieder gut und setzt den Halter mit den Röhrchen 10 Minuten in kochendes Wasser. Es lässt sich dann leicht jenes Röhrchen ermitteln, in welchem eben alles Kupferoxyd reduciert ist. Ist die Flüssigkeit in einem Röhrchen schwach blau gefärbt, in dem folgenden gelb, so liegt die gesuchte Diastasemenge in der Mitte. Soll die letztere genau ermittelt werden, so setzt man innerhalb der zuletzt gefundenen Grenzen einen neuen Versuch mit je 0·02 $cm^3$ Differenz an. Das Fermentativ-Vermögen ($F$) eines Malzauszuges kann man gleich 100 setzen, wenn 0·1 $cm^3$ eines Extractes von 25 *g* Malz mit 500 $cm^3$ Wasser unter den oben angeführten Bedingungen 5 $cm^3$ Fehling'scher Lösung reducieren. Das Fermentativ-Vermögen wird dann auf Trockensubstanz berechnet.

Hier sei noch Folgendes bemerkt: Die Darstellung wirksamster Diastase geschieht, wenn man einen Theil zerquetschtes Grünmalz mit zwei Theilen Wasser extrahiert und mit Alkohol fällt. Das Präparat zeigt nahezu $F = 96$.

Charakteristisch für Diastase ist die Reaction derselben gegen alkoholische Guajactinctur und Wasserstoff-Hyperoxyd, durch welche eine intensive Blaufärbung eintritt.

## Dritter Abschnitt.

---

### A. Bestimmung des Alkohols im allgemeinen (Weingeist, Brantwein, Arac, Rum, Cognac).

Liegt eine Abmischung von Alkohol und Wasser zur Bestimmung derselben auf den Alkohol-Gewichtsprocentgehalt (Volumprocentgehalt) vor, so kann man sich zu dieser Bestimmung eines eigens hiefür angefertigten Alkoholometers bedienen, oder man bestimmt die Dichte entweder mit einem Gewichtsaraeometer oder mit einem Pyknometer bei einer bestimmten Temperatur und findet mit Benützung der gefundenen Dichte durch Eingehen in Tabellen den Gehalt der Flüssigkeit an Alkohol dem Gewichte oder dem Volumen nach.

Hat man die Dichte der Flüssigkeit bei 12° R. = 15° C. ermittelt, so berechnet man aus derselben in Österreich den Alkoholgehalt nach der von C. Stampfer*) angelegten Tabelle (Tabelle Nr. XIX.).

Die Stampfer'sche Tabelle enthält das specifische Gewicht verschiedener Mischungen von Alkohol und Wasser, dann ihren Gehalt an Alkohol und Wasser in Volums- und Gewichtsprocenten, giltig für die Temperatur 12° R. = 15° C.

Die in Österreich gesetzlich zugelassenen Alkoholometer müssen von der k. k. Normal-Aichungscommission geprüft sein und beziehen sich auf die Dichte des reinen Alkohols (bei 12° R. = 15° C) = 0·7951. Die Alkoholometer besitzen ein eingeschmolzenes Thermometer, dessen Quecksilberinhalt zugleich als Belastungsgewicht dient.

---

*) Wiener Akademie-Berichte, Bd. III., 1852.

## Tabelle Nr. XIX.

| Specifisches Gewicht 12° R. = 15° C. | 100 Volumen enthalten | | 100 Gewichtstheile enth. Weingeist | Specifisches Gewicht 12° R. = 15° C. | 100 Volumen enthalten | | 100 Gewichtstheile enth. Weingeist |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Weingeist | Wasser | | | Weingeist | Wasser | |
| 1·0000 | 0 | 100 | 0 | 0·9595 | 35 | 68·12 | 29·01 |
| 0·9985 | 1 | 99·05 | 0·80 | 0·9582 | 36 | 67·20 | 29·88 |
| 0·9970 | 2 | 98·11 | 1·60 | 0·9568 | 37 | 66·26 | 30·75 |
| 0·9956 | 3 | 97·17 | 2·40 | 0·9553 | 38 | 65·32 | 31·63 |
| 0·9942 | 4 | 96·24 | 3·20 | 0·9538 | 39 | 64·37 | 32·52 |
| 0·9928 | 5 | 95·30 | 4·00 | 0·9522 | 40 | 63·42 | 33·40 |
| 0·9915 | 6 | 94·38 | 4·81 | 0·9506 | 41 | 62·46 | 34·30 |
| 0·9902 | 7 | 93·45 | 5·62 | 0·9490 | 42 | 61·50 | 35·18 |
| 0·9890 | 8 | 92·54 | 6·43 | 0·9473 | 43 | 60·58 | 36·09 |
| 0·9878 | 9 | 91·62 | 7·24 | 0·9456 | 44 | 59·54 | 37·00 |
| 0·9867 | 10 | 90·72 | 8·06 | 0·9439 | 45 | 58·61 | 37·90 |
| 0·9855 | 11 | 89·80 | 8·87 | 0·9421 | 46 | 57·64 | 38·82 |
| 0·9844 | 12 | 88·90 | 9·69 | 0·9403 | 47 | 56·66 | 39·74 |
| 0·9833 | 13 | 88·00 | 10·51 | 0·9385 | 48 | 55·68 | 40·66 |
| 0·9822 | 14 | 87·09 | 11·33 | 0·9366 | 49 | 54·70 | 41·59 |
| 0·9812 | 15 | 86·19 | 12·15 | 0·9348 | 50 | 53·72 | 42·53 |
| 0·9801 | 16 | 85·29 | 12·98 | 0·9328 | 51 | 52·73 | 43·47 |
| 0·9791 | 17 | 84·39 | 13·80 | 0·9308 | 52 | 51·74 | 44·41 |
| 0·9781 | 18 | 83·50 | 14·63 | 0·9288 | 53 | 50·74 | 45·37 |
| 0·9771 | 19 | 82·60 | 15·46 | 0·9267 | 54 | 49·74 | 46·33 |
| 0·9761 | 20 | 81·71 | 16·29 | 0·9247 | 55 | 48·74 | 47·29 |
| 0·9751 | 21 | 80·81 | 17·12 | 0·9226 | 56 | 47·73 | 48·26 |
| 0·9741 | 22 | 79·92 | 17·96 | 0·9205 | 57 | 46·73 | 49·24 |
| 0·9731 | 23 | 79·09 | 18·79 | 0·9183 | 58 | 45·72 | 50·21 |
| 0·9721 | 24 | 78·13 | 19·63 | 0·9161 | 59 | 44·70 | 51·20 |
| 0·9711 | 25 | 77·23 | 20·47 | 0·9139 | 60 | 43·68 | 52·20 |
| 0·9700 | 26 | 76·33 | 21·31 | 0·9117 | 61 | 42·67 | 53·19 |
| 0·9690 | 27 | 75·43 | 22·16 | 0·9095 | 62 | 41·65 | 54·20 |
| 0·9679 | 28 | 74·53 | 23·00 | 0·9072 | 63 | 40·63 | 55·21 |
| 0·9668 | 29 | 73·62 | 23·85 | 0·9049 | 64 | 39·60 | 56·23 |
| 0·9657 | 30 | 72·72 | 24·70 | 0·9026 | 65 | 38·58 | 57·25 |
| 0·9645 | 31 | 71·80 | 25·56 | 0·9002 | 66 | 37·54 | 58·29 |
| 0·9633 | 32 | 70·89 | 26·41 | 0·8978 | 67 | 36·51 | 59·33 |
| 0·9620 | 33 | 69·96 | 27·27 | 0·8954 | 68 | 35·47 | 60·38 |
| 0·9607 | 34 | 69·04 | 28·14 | 0·8930 | 69 | 34·44 | 61·43 |

| Specifisches Gewicht 12° R. = 15° C. | 100 Volumen enthalten | | 100 Gewichtstheile enth. Weingeist | Specifisches Gewicht 12° R. = 15° C. | 100 Volumen enthalten | | 100 Gewichtstheile enth. Weingeist |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Weingeist | Wasser | | | Weingeist | Wasser | |
| 0·8905 | 70 | 33·39 | 62·50 | 0·8470 | 86 | 16·32 | 80·72 |
| 0·8880 | 71 | 32·35 | 63·58 | 0·8440 | 87 | 15·23 | 81·96 |
| 0·8855 | 72 | 31·30 | 64·64 | 0·8409 | 88 | 14·12 | 83·22 |
| 0·8830 | 73 | 30·26 | 65·72 | 0·8377 | 89 | 13·01 | 84·47 |
| 0·8804 | 74 | 29·20 | 66·82 | 0·8344 | 90 | 11·88 | 85·74 |
| 0·8778 | 75 | 28·15 | 67·93 | 0·8311 | 91 | 10·76 | 87·04 |
| 0·8752 | 76 | 27·09 | 69·04 | 0·8277 | 92 | 9·62 | 88·37 |
| 0·8725 | 77 | 26·03 | 70·16 | 0·8242 | 93 | 8·48 | 89·72 |
| 0·8698 | 78 | 24·96 | 71·30 | 0·8206 | 94 | 7·32 | 91·08 |
| 0·8671 | 79 | 23·90 | 72·43 | 0·8169 | 95 | 6·16 | 92·45 |
| 0·8644 | 80 | 22·83 | 73·59 | 0·8130 | 96 | 4·97 | 93·89 |
| 0·8616 | 81 | 21·76 | 74·75 | 0·8089 | 97 | 3·77 | 95·35 |
| 0·8588 | 82 | 20·68 | 75·91 | 0·8046 | 98 | 2·54 | 96·83 |
| 0·8559 | 83 | 19·61 | 77·09 | 0·8000 | 99 | 1·28 | 98·38 |
| 0·8530 | 84 | 18·52 | 78·29 | 0·7951 | 100 | 0·00 | 100·00 |
| 0·8500 | 85 | 17·42 | 79·51 | | | | |

Das Thermometer besitzt eine Scala, die einerseits die Temperaturgrade, andererseits die für diese Temperaturen anzubringende Correction trägt, falls die Beobachtungstemperatur nicht mit der Normaltemperatur des Alkoholometers (12° R. = 15° C.) zusammenfallen sollte; ferner muss auf demselben die Art der Ablesung ersichtlich sein: „Von oben", „Von unten" abzulesen.

Ist die Beobachtungstemperatur nicht 12° R. = 15° C. und man will das specifische Gewicht bei 12° R. oder den Alkoholgehalt dennoch möglichst genau finden, so bedient man sich der Correctionstafeln nach Stampfer (gesetzlich in Österreich.*) (Tabellen Nr. XX. und XXI.)

Eine vollständige, in Österreich gesetzlich giltige Tafel zur Umwandlung der an dem Alkoholometer beobachteten „scheinbaren Stärken" in „wahre" für die Normaltemperatur 12° R. = 15° C. giltige „Stärke" (Alkoholgehalt) findet sich in der Handausgabe der österreichischen Verordnungen, Heft 84.**)

*) Wiener Akademie-Berichte, Bd. III., 1852.
**) Gesetze u. Verordnungen üb. Besteuerung des Brantweines, S. 461.

Sind neben dem Alkohol noch andere Stoffe in Lösung, so muss man den Alkohol durch Destillation isolieren, oder man muss sich zur Bestimmung desselben anderer Methoden, die auf physikalischen Principien beruhen, bedienen.

Was die Destillations- und indirecte Methode anbelangt, so wird dieselbe bei der Wein- und Bier-Untersuchung näher besprochen werden. In Kürze sollen eine Reihe von Apparaten, zum Zwecke der Alkohol-Bestimmung in Flüssigkeiten (wie Liqueur, Wein, Bier etc.) construiert, erwähnt, eine eingehendere Beschreibung aller Apparate jedoch, als über den Rahmen dieses Buches hinausgehend, vermieden werden, zumal sich nur einzelne derselben hie und da in die Praxis Eingang verschafften.

Gröning war der erste, der die Siedpunkte alkoholhältiger Flüssigkeiten zur Bestimmung des Alkoholgehaltes vorschlug, nach ihm haben eine Reihe von Erfindern Apparate zur technischen Bestimmung des Alkohols nach obigem Principe construiert. Das von Pohl*) vorgeschlagene Ebullioskop (thermoaræometrischer Apparat), welches zur Bestimmung des Alkohols in Wein oder Bier sehr gut geeignet erscheint, hat in der Praxis Eingang gefunden, und wurde mannigfach abgeändert; häufig findet man einen Rückflusskühler an den neueren Apparaten angebracht. Das Malligand'sche**) Ebullioskop besitzt ein horizontal liegendes Thermometer mit verschiebbarer Scala. Bei dem H. Kappeller'schen Patent-Ebullioskop (*Fig. 13*) ist das Thermometer vertical gestellt.

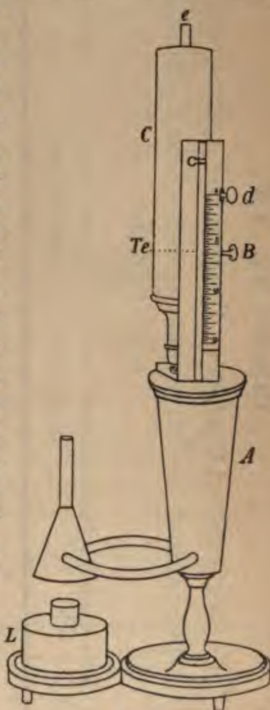


*Fig. 13.*

Während das Pohl'sche Ebullioskop Gewichtsprocente anzeigt, gibt das Kappeller'sche Patent-Ebullioskop Volumprocente Alkohol an, die auf der Scala direct abzulesen sind, was gerade nicht als Vortheil bezeichnet werden kann, da man die Angaben immer erst auf Gewichtsprocente umrechnen muss.

*) Wiener Akademie-Berichte. Bd. II., 1850.
**) C. r. LXXX, 1114; Zeitschr. f. d. ges. Brauw. 1878, S. 258 und 377.

## Tabelle Nr. XX.

zur Reduction des bei einer beliebigen Temperatur mit einem für 12° R. = 15° C. construierten Alkoholometer beobachteten specifischen Gewichtes auf die Temperatur von 12° R.

Die Zahlen dieser Tabelle sind bei Temperaturen über 12° R. zum specifischen Gewichte der Tabelle 1 zu addieren, unter 12° R. zu subtrahieren.

| Temperatur ° R. | Beobachtete Volumprocente | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 5 | 10 | 15 | 20 | 25 | 30 | 35 | 40 | 45 | 50 | 55 | 60 | 65 | 70 | 75 | 80 | 85 | 90 | 95 | 100 |
| — 10 | | | | | | | 161 | 172 | 181 | 189 | 194 | 197 | 202 | 206 | 210 | 213 | 215 | 216 | 217 | 218 | — |
| — 9 | | | | | | | 153 | 164 | 173 | 181 | 185 | 188 | 193 | 197 | 201 | 203 | 205 | 206 | 207 | 208 | — |
| — 8 | | | | | | | 145 | 156 | 164 | 172 | 176 | 180 | 184 | 188 | 192 | 194 | 196 | 197 | 198 | 199 | — |
| — 7 | | | | | | | 137 | 148 | 156 | 164 | 168 | 172 | 175 | 179 | 182 | 184 | 186 | 187 | 188 | 189 | — |
| — 6 | | | | | | | 128 | 139 | 148 | 155 | 159 | 163 | 166 | 170 | 173 | 175 | 177 | 178 | 179 | 180 | — |
| — 5 | | | | | 72 | 100 | 120 | 131 | 140 | 147 | 151 | 154 | 157 | 161 | 163 | 166 | 168 | 169 | 170 | 170 | — |
| — 4 | | | | | 67 | 93 | 111 | 122 | 131 | 138 | 143 | 146 | 149 | 152 | 154 | 157 | 159 | 160 | 161 | 161 | — |
| — 3 | | | | | 62 | 86 | 103 | 114 | 123 | 130 | 135 | 137 | 140 | 143 | 145 | 148 | 150 | 151 | 152 | 152 | — |
| — 2 | | | | | 57 | 79 | 95 | 106 | 114 | 121 | 126 | 128 | 132 | 134 | 136 | 139 | 140 | 141 | 142 | 142 | — |
| — 1 | | | | | 53 | 72 | 87 | 98 | 106 | 113 | 117 | 120 | 123 | 125 | 127 | 129 | 130 | 131 | 132 | 132 | — |

| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| + 3 | 6 | 8 | 13 | 22 | 35 | 48 | 59 | 68 | 73 | 78 | 82 | 85 | 87 | 89 | 90 | 90 | 91 | 92 | 92 | 92 | — |
| + 4 | 6 | 8 | 12 | 29 | 30 | 42 | 52 | 59 | 64 | 69 | 72 | 75 | 77 | 79 | 80 | 80 | 81 | 82 | 82 | 82 | — |
| + 5 | 6 | 8 | 11 | 17 | 26 | 36 | 45 | 51 | 56 | 60 | 63 | 66 | 67 | 69 | 70 | 70 | 71 | 72 | 72 | 72 | — |
| + 6 | 6 | 7 | 10 | 15 | 22 | 30 | 38 | 43 | 48 | 51 | 54 | 56 | 57 | 59 | 60 | 60 | 61 | 62 | 62 | 62 | — |
| + 7 | 6 | 6 | 9 | 13 | 18 | 24 | 31 | 36 | 40 | 43 | 45 | 47 | 48 | 50 | 50 | 50 | 51 | 51 | 51 | 51 | — |
| + 8 | 5 | 5 | 7 | 10 | 14 | 19 | 24 | 28 | 32 | 34 | 36 | 38 | 39 | 40 | 40 | 40 | 41 | 41 | 41 | 41 | — |
| + 9 | 4 | 4 | 5 | 7 | 10 | 13 | 17 | 20 | 23 | 25 | 27 | 28 | 29 | 30 | 30 | 30 | 31 | 31 | 31 | 31 | — |
| +10 | 3 | 3 | 4 | 4 | 6 | 8 | 11 | 13 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | 20 | 20 | 21 | 21 | 21 | 21 | — |
| +11 | 2 | 2 | 2 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 9 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | — |
| +12 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| +13 | 2 | 2 | 2 | 2 | 3 | 4 | 6 | 7 | 8 | 9 | 9 | 9 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| +14 | 3 | 3 | 4 | 5 | 7 | 9 | 12 | 14 | 15 | 17 | 18 | 19 | 20 | 20 | 20 | 20 | ·21 | 21 | 21 | 21 | 21 |
| +15 | 5 | 6 | 7 | 8 | 11 | 13 | 18 | 21 | 23 | 26 | 27 | 28 | 29 | 30 | 30 | 30 | 31 | 31 | 31 | 31 | 31 |
| +16 | 8 | 9 | 10 | 12 | 15 | 18 | 23 | 27 | 30 | 34 | 36 | 38 | 39 | 40 | 40 | 41 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 |
| +17 | 10 | 11 | 13 | 15 | 19 | 22 | 28 | 33 | 38 | 42 | 45 | 47 | 48 | 50 | 50 | 51 | 52 | 52 | 52 | 52 | 52 |
| +18 | 13 | 14 | 15 | 18 | 23 | 27 | 33 | 39 | 45 | 50 | 53 | 55 | 57 | 59 | 60 | 61 | 62 | 62 | 63 | 63 | 63 |
| +19 | 15 | 16 | 18 | 21 | 26 | 31 | 38 | 45 | 53 | 58 | 62 | 64 | 67 | 69 | 70 | 71 | 72 | 73 | 73 | 73 | 74 |
| +20 | 18 | 19 | 21 | 25 | 30 | 36 | 43 | 51 | 60 | 66 | 70 | 73 | 76 | 79 | 80 | 82 | 83 | 84 | 85 | 85 | 85 |
| +21 | 21 | 22 | 24 | 28 | 33 | 40 | 48 | 57 | 67 | 74 | 79 | 82 | 85 | 88 | 90 | 92 | 93 | 94 | 95 | 95 | 96 |
| +22 | 25 | 26 | 28 | 32 | 37 | 44 | 53 | 63 | 74 | 82 | 88 | 92 | 95 | 98 | 100 | 102 | 103 | 104 | 105 | 106 | 106 |
| +23 | 28 | 29 | 31 | 35 | 41 | 48 | 58 | 68 | 80 | 89 | 97 | 101 | 104 | 108 | 110 | 112 | 113 | 115 | 116 | 116 | 117 |
| +24 | 32 | 33 | 35 | 39 | 45 | 53 | 62 | 73 | 86 | 96 | 105 | 110 | 114 | 118 | 120 | 122 | 124 | 126 | 127 | 127 | 128 |
| +25 | 36 | 37 | 39 | 42 | 49 | 57 | 67 | 78 | 92 | 104 | 114 | 119 | 123 | 128 | 130 | 132 | 134 | 136 | 137 | 137 | 138 |

## Tabelle Nr. XXI.

### Verbesserung der Volumprocente, welche mit einem für die Normaltemperatur von 12° R. = 15° C. construierten Alkoholometer bei anderen Temperaturen beobachtet sind.

Die Zahlen der Tabelle sind bei Temperaturen unter 12° R. zu den Angaben des Instrumentes zu addieren, über 12° R. von denselben zu subtrahieren.

| Temperatur ° R. | Beobachtete Volumprocente | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 10 | 15 | 20 | 25 | 30 | 40 | 50 | 60 | 70 | 80 | 90 | 95 |
| − 10 | | | | | 12·4 | 11·3 | 10·4 | 10·2 | 10·0 | 9·7 | 8·7 | |
| − 9 | | | | | 11·8 | 10·8 | 10·0 | 9·8 | 9·6 | 9·2 | 8·3 | |
| − 8 | | | | | 11·2 | 10·3 | 9·6 | 9·4 | 9·2 | 8·8 | 7·9 | |
| − 7 | | | | | 10·7 | 9·8 | 9·2 | 8·9 | 8·7 | 8·4 | 7·6 | |
| − 6 | | | | | 10·1 | 9·3 | 8·7 | 8·5 | 8·3 | 8·0 | 7·2 | |
| − 5 | | | 7·3 | 9·0 | 9·5 | 8·8 | 8·3 | 8·0 | 7·8 | 7·6 | 6·8 | |
| − 4 | | | 6·8 | 8·5 | 8·9 | 8·3 | 7·9 | 7·6 | 7·4 | 7·2 | 6·5 | |
| − 3 | | | 6·3 | 7·9 | 8·3 | 7·8 | 7·4 | 7·1 | 7·0 | 6·7 | 6·1 | |
| − 2 | | | 5·8 | 7·3 | 7·8 | 7·3 | 6·9 | 6·7 | 6·5 | 6·3 | 5·7 | |
| − 1 | | | 5·4 | 6·8 | 7·2 | 6·8 | 6·5 | 6·2 | 6·1 | 5·9 | 5·3 | 4·8 |
| 0 | 1·2 | 2·8 | 4·9 | 6·2 | 6·7 | 6·3 | 6·0 | 5·8 | 5·7 | 5·4 | 4·9 | 4·5 |
| + 1 | 1·2 | 2·5 | 4·5 | 5·7 | 6·1 | 5·8 | 5·5 | 5·3 | 5·2 | 5·0 | 4·5 | 4·2 |
| + 2 | 1·1 | 2·3 | 4·0 | 5·1 | 5·5 | 5·2 | 5·0 | 4·9 | 4·8 | 4·6 | 4·1 | 3·8 |
| + 3 | 1·1 | 2·1 | 3·5 | 4·6 | 4·9 | 4·7 | 4·5 | 4·4 | 4·3 | 4·1 | 3·7 | 3·4 |
| + 4 | 1·0 | 1·8 | 3·1 | 4·0 | 4·3 | 4·2 | 4·0 | 4·0 | 3·9 | 3·6 | 3·3 | 3·0 |
| + 5 | 0·9 | 1·6 | 2·6 | 3·5 | 3·8 | 3·7 | 3·5 | 3·5 | 3·4 | 3·2 | 2·9 | 2·6 |
| + 6 | 0·8 | 1·4 | 2·2 | 3·0 | 3·2 | 3·2 | 3·0 | 3·0 | 2·9 | 2·8 | 2·5 | 2·3 |
| + 7 | 0·7 | 1·1 | 1·8 | 2·4 | 2·6 | 2·6 | 2·5 | 2·5 | 2·4 | 2·3 | 2·1 | 1·9 |
| + 8 | 0·6 | 0·9 | 1·4 | 1·9 | 2·1 | 2·1 | 2·0 | 2·0 | 1·9 | 1·8 | 1·7 | 1·5 |
| + 9 | 0·5 | 0·7 | 1·1 | 1·4 | 1·6 | 1·6 | 1·5 | 1·5 | 1·4 | 1·4 | 1·3 | 1·2 |
| + 10 | 0·3 | 0·5 | 0·7 | 0·9 | 1·0 | 1·1 | 1·0 | 1·0 | 1·0 | 0·9 | 0·8 | 0·8 |
| + 11 | 0·2 | 0·2 | 0·3 | 0·4 | 0·5 | 0·5 | 0·5 | 0·5 | 0·5 | 0·5 | 0·4 | 0·4 |
| + 12 | | | | | | | | | | | | |
| + 13 | 0·2 | 0·3 | 0·4 | 0·4 | 0·5 | 0·5 | 0·5 | 0·5 | 0·5 | 0·5 | 0·4 | 0·4 |
| + 14 | 0·5 | 0·6 | 0·8 | 0·9 | 1·1 | 1·0 | 1·0 | 1·0 | 1·0 | 0·9 | 0·8 | 0·8 |
| + 15 | 0·7 | 0·9 | 1·2 | 1·4 | 1·6 | 1·6 | 1·6 | 1·5 | 1·4 | 1·4 | 1·3 | 1·2 |
| + 16 | 1·0 | 1·2 | 1·5 | 1·8 | 2·2 | 2·1 | 2·1 | 2·0 | 1·9 | 1·8 | 1·7 | 1·6 |
| + 17 | 1·2 | 1·5 | 1·9 | 2·3 | 2·7 | 2·6 | 2·6 | 2·5 | 2·4 | 2·3 | 2·2 | 2·1 |

| Temperatur ° R. | Beobachtete Volumprocente | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 10 | 15 | 20 | 25 | 30 | 40 | 50 | 60 | 70 | 80 | 90 | 95 |
| +18 | 1·4 | 1·8 | 2·3 | 2·8 | 3·2 | 3·1 | 3·1 | 3·0 | 2·9 | 2·8 | 2·6 | 2·5 |
| +19 | 1·6 | 2·1 | 2·7 | 3·2 | 3·7 | 3·7 | 2·6 | 3·5 | 3·4 | 3·3 | 3·1 | 2·9 |
| +20 | 1·8 | 2·4 | 3·0 | 3·7 | 4·1 | 4·2 | 4·1 | 4·0 | 3·9 | 3·7 | 3·5 | 3·3 |
| +21 | 2·1 | 2·7 | 3·4 | 4·1 | 4·6 | 4·7 | 4·6 | 4·5 | 4·3 | 4·2 | 4·0 | 3·7 |
| +22 | 2·4 | 3·0 | 3·8 | 4·5 | 5·0 | 5·3 | 5·2 | 5·0 | 4·8 | 4·7 | 4·4 | 4·1 |
| +23 | 2·7 | 3·4 | 4·1 | 5·0 | 5·5 | 5·8 | 5·7 | 5·5 | 5·3 | 5·1 | 4·8 | 4·5 |
| +24 | 3·0 | 3·7 | 4·5 | 5·4 | 6·0 | 6·4 | 6·2 | 6·0 | 5·8 | 5·6 | 5·3 | 5·0 |
| +25 | 3·3 | 4·0 | 4·8 | 5·8 | 6·4 | 6·9 | 6·7 | 6·5 | 6·3 | 6·1 | 5·8 | 5·4 |

Vor jeder Bestimmung muss zuerst der Nullpunkt der Scala eingestellt werden; dies geschieht dadurch, dass man das Kochgefäss (*A*) mit destilliertem Wasser bis zum oberen Ringe im Gefässe anfüllt und den Deckel mit dem Thermometer (*T*) aufschraubt; das Wasser wird nun bis zum Kochen erhitzt, indem man die Flammen der Spirituslampe (*L*) unter den kleinen an dem Ringe befestigten Kamin setzt. In etwa 5 Minuten beginnt das Wasser im Becher zu sieden, und die Quecksilbersäule des Thermometers stellt sich auf den Siedepunkt des Wassers ein. Durch Drehung an der Schraube (*B*) stellt man nun den Nullpunkt der Scala mit dem höchsten Stande des Quecksilbers ein, und muss die Scala unverändert stehen bleiben; hiebei dient die Schraube (*d*) zum Festklemmen. Das Thermometer wird wieder abgenommen und das Kochgefäss vom heissen Wasser entleert. Man kühlt das Kochgefäss mit kaltem Wasser ab, spült es vorsichtig mit der zu untersuchenden Flüssigkeit aus, füllt es dann mit dieser wieder bis zum oberen Ringe an, setzt den mit kaltem Wasser gefüllten Kühler (*C*) auf und erhitzt die Flüssigkeit wieder wie früher. Sobald der Quecksilberfaden constant bleibt, liest man an der Scala die Volumprocente direct ab. — Während des zweiten Theiles des Versuches wird der Kühler (*C*) mit möglichst kaltem Wasser gefüllt, um die gleich beim Beginne der Erhitzung sich entwickelnden Dämpfe des Alkohols beim Entweichen durch das Rohr (*e*) zu condensieren und in das Gefäss *A* zurückgelangen zu lassen, wodurch der Alkoholgehalt bis zum Sieden der ganzen Flüssigkeit constant bleibt. Bei sehr alkoholreichen Flüssigkeiten, wo die Scala nicht ausreicht, wird das Kochgefäss nur bis zum ersten Ringe gefüllt und bis zum zweiten Ringe destilliertes Wasser nach-

gefüllt; die Anzeige wird dann selbstverständlich doppelt genommen. Eine dem Apparate beigegebene Pipette fasst genau so viel Flüssigkeit, als bis zum ersten Ringe nöthig ist, eine zweite Füllung reicht bis zum zweiten Ringe.

Das von Silbermann*) und Makins erfundene Dilatometer dient zur Ermittlung des Alkohols nach dem Principe der ungleichen Ausdehnung der Mischungen von Weingeist und Wasser oder Zuckersaft bei gleicher Erwärmung. So geistreich und interessant diese Methode ist, hat dieselbe für den technischen Gebrauch untergeordnete Bedeutung, da nur mit grosser Schwierigkeit alle erforderlichen Bedingungen eingehalten werden können.

Bei dem Geissler'schen Vaporimeter**) wird die Spannkraft der Dämpfe zur Gehalts-Bestimmung des Alkohols benützt.

Der Umstand, dass Wasser und Alkohol in Capillarröhren verschiedene Höhen einnehmen, wurde zur Bestimmung des Alkohols mittelst des sogenannten Liquometers benützt. Valson's***) Liquometer gibt höchst ungenaue Angaben; da jedoch der Alkoholgehalt einer Flüssigkeit sehr schnell mit demselben zu ermitteln ist, so kann man diesen Apparat zu einer beiläufigen Bestimmung immerhin benützen.

Die Steinheil'sche Alkohol-Bestimmungsmethode soll bei der Bieruntersuchung näher besprochen werden.

Die Methode von B. Röse†) zur Ermittlung des Alkoholgehaltes beruht auf chemischem Principe, nämlich der Oxydation mit Kaliumpermanganat; es wird hiebei selbstverständlich vorausgesetzt, dass in der Flüssigkeit keine durch Kaliumpermanganat in schwefelsaurer Lösung oxydierbaren Substanzen vorhanden sind.

Man bringt von der alkoholischen, auf ungefähr 1% Alkoholgehalt verdünnten Flüssigkeit 5 *g* in ein Kölbchen, setzt 50 *cm*³ Kaliumpermanganat-Lösung (10 *g* $KMnO_4$ im Liter enthaltend) hinzu und lässt nun aus einer Pipette unter fortwährendem Umschwenken 20 *cm*³ concentrierte Schwefelsäure zufliessen. Nach Verlauf einer Minute verdünnt man mit etwa 100 *cm*³ Wasser und zersetzt den Überschuss des Kaliumpermanganates durch Zusatz einer hinreichenden Menge einer Zehntelnormal-Oxalsäurelösung, worauf man bis zum Sieden erhitzt und die Titration mit Kaliumpermanganat beendigt. —

*) J. B. 1847/48, 684. Compt. rend. XXVII. 418.
**) Polytechn. Centr. 1854, 1338; Fehling, Handwörterb., I., 283.
***) Comptes rend. 45, 101.
†) Chemiker-Zeitung 1888, XII., Rep. 53, und Zeitschr. f. angew. Chem. 1888, 31; Chem.-Ztg. 1888, XII., Rep. 53.

Zur Bereitung der Zehntel-Oxalsäurelösung wendet man das vierfachsaure Kaliumoxalat ($KHC_2O_4 . C_2O_4H_2 . 2H_2O$) an. Zur vollständigen Oxydation von 1 *g* Alkohol sind 8·244 *g* Kaliumpermanganat nöthig.

## Bestimmung der Fuselöle.

Die Bestimmung der Fuselöle wird entweder nach B. Röse*) oder nach J. Traube**) durchgeführt; beide Methoden beruhen auf dem verschiedenen physikalischen Verhalten des fuselhältigen und des reinen Alkohols und sind weit genauer, als alle bisher vorgeschlagenen rein chemischen, wenngleich auch die nach den beiden ersterwähnten Methoden erlangten Resultate durch die Anwesenheit anderer Körper mehr oder weniger beeinflusst werden können.

### *a) Bestimmung nach B. Röse.*

Modificiert von Stutzer und O. Reitmair.***)

B. Röse vergleicht die Volumzunahme, welche eine bestimmte Chloroformmenge beim Schütteln 1. mit fuselhältigem Brantwein und 2. mit einer gleichen Quantität Weingeist von gleichem specifischen Gewichte zeigt, und berechnet aus der Differenz die Menge des Fuselöles.

Das Röse'sche Verfahren wurde von Stutzer und Reitmair wesentlich verbessert und zur Untersuchung von Brantwein etc. brauchbar gemacht.

Es werden 100 $cm^3$ des betreffenden Brantweines oder Spiritus unter Zusatz einiger Tropfen Natronlauge unter Benützung eines Condensationsaufsatzes zu $^4/_5$ abdestilliert. Dies hat nach den Verfassern den Zweck, Aldehyde, Ätherarten, flüchtige Säuren, nichtflüchtige Extractivstoffe und ätherische Öle zu beseitigen; alle diese Stoffe, ausser den letztgenannten, wirken in gleicher Weise wie die Fuselöle, das heisst, sie rufen eine Zunahme der Chloroformschichte hervor; ätherische Öle hingegen bewirken eine Verringerung der Volumzunahme der Chloroformmenge. Diese genannten Körper, mit Ausnahme der sauerstoffreien ätherischen Öle, die aber höchstens in ganz minimalen Mengen vorhanden sind, werden durch eine Destil-

---

*) Repertorium der analyt. Chemie 6, 61; Pharmaceutische Centralhalle 27, 5.

**) Ber. d. Deutsch. chem. Gesellsch. 19, 892.

***) Repertorium der analyt. Chemie 6, 335 und 385; Zeitschr. f. analyt. Chemie 26, 375.

lation unter Zusatz von einigen Tropfen Natronlauge unschädlich gemacht. Das Destillat füllt man mit Wasser wieder auf 100 *cm*³ auf und ermittelt in demselben hierauf den Alkoholgehalt durch Bestimmung des specifischen Gewichtes. Dann fügt man in einem 100 *cm*³-Kölbchen zu 50 *cm*³ des Destillates so viel Wasser hinzu, dass nach der Verdünnung 30volumprocentiger Weingeist vorliegt.

Zur Ermittlung des Wasserzusatzes kann man sich der nachstehenden Tabelle (Tabelle Nr. XXII., Auszug aus den Verdünnungstabellen von Brix) oder der M. Frenkel'schen*) Formel bedienen.

## Tabelle Nr. XXII.

Verdünnung des Alkohols auf 30 Volumprocente.

| Zu 100 *cm*³ Alkohol von Volumprocenten Gehalt | sind zugesetztes Wasser | Zu 100 *cm*³ Alkohol von Volumprocenten Gehalt | sind zugesetztes Wasser | Zu 100 *cm*³ Alkohol von Volumprocenten Gehalt | sind zugesetztes Wasser |
|---|---|---|---|---|---|
| 30 | 0·0 | 49 | 64·1 | 68 | 129·4 |
| 31 | 3·3 | 50 | 67·5 | 69 | 132·8 |
| 32 | 6·6 | 51 | 70·9 | 70 | 136·3 |
| 33 | 10·0 | 52 | 74·3 | 71 | 139·7 |
| 34 | 13·4 | 53 | 77·7 | 72 | 143·2 |
| 35 | 16·7 | 54 | 81·2 | 73 | 146·7 |
| 36 | 20·1 | 55 | 84·6 | 74 | 150·2 |
| 37 | 23·4 | 56 | 88·0 | 75 | 153·6 |
| 38 | 26·8 | 57 | 91·4 | 76 | 157·1 |
| 39 | 30·2 | 58 | 94·9 | 77 | 160·6 |
| 40 | 33·5 | 59 | 98·3 | 78 | 164·1 |
| 41 | 36·9 | 60 | 101·8 | 79 | 167·6 |
| 42 | 40·3 | 61 | 105·2 | 80 | 171·1 |
| 43 | 43·7 | 62 | 108·6 | 81 | 174·6 |
| 44 | 47·1 | 63 | 112·1 | 82 | 178·1 |
| 45 | 50·5 | 64 | 115·5 | 83 | 181·6 |
| 46 | 53·9 | 65 | 119·9 | 84 | 185·1 |
| 47 | 57·3 | 66 | 122·4 | 85 | 188·6 |
| 48 | 60·7 | 67 | 125·9 | | |

*) Zeitschr. f. anal. Chem. 26, 378.

Ist $p$ der anfängliche Alkoholgehalt der Flüssigkeit in ewichtsprocenten, $p_{,}$ der gewünschte Gehalt in Gewichts-rocenten, $s$ das specifische Gewicht des ursprünglichen Wein-istes, dann ist $x$ die zu 100 $cm^3$ des Weingeistes zuzufügende nzahl $cm^3$ Wasser:

$$x = \frac{100(p - p_{,})s}{p_{,}}.$$

Man füllt nun mit reinem 30procentigen Alkohol zur arke auf, schüttelt 2 Minuten hindurch die so erhaltenen 0 $cm^3$ Flüssigkeit unter Zusatz von 1 $cm^3$ Schwefelsäure on 1·286 specifischem Gewichte) in dem Röse'schen Apparate it 20 $cm^3$ Chloroform und bringt den Apparat in ein Kühl-fäss mit Wasser von genau 15° C.

Der Schwefelsäurezusatz hat den Zweck eine Häutchen-ldung an der Trennungsfläche der Flüssigkeiten zu vermeiden; enn man eine andere Concentration der Schwefelsäure wählt, muss man sich statt der unten angegebenen Tabelle unter nützung von reinem Amylalkohol selbst eine andere ermitteln.

Das Schüttelgefäss nach Röse (*Fig. 14*) stellt ein in seinem teren Theile cylindrisch, oben etwas bauchig erweitertes hr vor. Die Gesammtlänge desselben beträgt etwa —50 *cm*, der Rauminhalt circa 175—180 $cm^3$.

Da die Flüssigkeiten behufs Messung schon vor n Schütteln die richtige Temperatur gehabt haben ssen, so braucht man nicht lange zu warten, sondern an nach dem Absitzen des Chloroforms die letzten, ch an den Wänden haftenden Tröpfchen desselben t der Hauptmenge vereinigen, indem man den Apparat gsam neigt, so dass das Chloroform in die Birne fliesst, nn lässt man es unter Drehen an den Wänden wieder rückfliessen. Nachdem man den Apparat jetzt noch ige Minuten in das Kühlgefäss gebracht hat, kann n die Höhe der Chloroformschicht ablesen.

Den abgelesenen Volumvermehrungen der Chloro-rmschichte entsprechen unter den genannten Be-ngungen bestimmte Gehalte der als Amylalkohol sgedrückten Fuselöle, welche aus nachstehender Tabelle abelle Nr. XXIII.) zu entnehmen sind. Der gefundene ehalt mit 2 multipliciert gibt den Volumprocent-halt des ursprünglichen Brantweines.



*Fig. 14.*

Falls die Temperatur nicht 15° C. sein sollte, ist berücksichtigen, dass die Chloroformschichte ungefähr für 1° C. um 0·1 $cm^3$ zunimmt.

## Tabelle Nr. XXIII.

Volumvermehrung der Chloroformschichte und entsprechender Gehalt an Amylalkohol bei Anwendung von 30 Volumprocent und Zusatz von 1 $cm^3$ Schwefelsäure (spec. Gewicht 1·286).

| Volumvermehrung der Chloroformschichte $cm^3$ | Gehalt an Amylalkohol in Volumprocenten | 0·01 $cm^3$ Chloroformvermehrung entspricht Procenten |
|---|---|---|
| 0·20 | 0·1 | 0·0050 |
| 0·35 | 0·2 | 0·0057 |
| 0·50 | 0·3 | 0·0060 |
| 0·65 | 0·4 | 0·0062 |
| 0·80 | 0·5 | 0·0063 |
| 0·95 | 0·6 | 0·0063 |
| 1·10 | 0·7 | 0·0064 |
| 1·25 | 0·8 | 0·0064 |
| 1·40 | 0·9 | 0·0064 |
| 1·55 | 1·0 | 0·0065 |

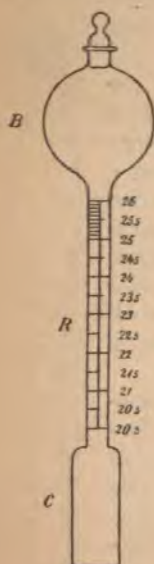


*Fig. 15.*

Eigentlich sollte für jede Art von Fuselöl eine solche Versuchsreihe durchgeführt werden, doch begnügt man sich, das Resultat aller Untersuchungen auf Amylalkohol zu beziehen.

Nach Sell *) ist diese Methode wie folgt durchzuführen:

Der von H. Herzfeld **) vorgeschlagene Apparat (*Fig. 15*), eine Modification des Röse'schen, kommt hierbei in Anwendung. An dem cylindrischen Theile (*C*) des Apparates von circa 25 *mm* Weite und 60 *mm* Höhe ist ein 20 *cm* langes, 10 *mm* weites Rohr (*R*) angesetzt; an dieses schliesst sich dann das birnförmige Gefäss an. Derjenige Theil der Eintheilung, welcher bei den Versuchen immer abgelesen wird, befindet sich ganz auf dem engeren Rohre, so dass dort $^1/_{20}$ $cm^3$ direct abgelesen und $^1/_{100}$ $cm^3$ geschätzt werden kann.

Der Apparat wird bis zum ersten Theilstrich 20 vermittelst eines Trichters mit langem Rohre mit reinem, wasserfreiem, destilliertem Chloroform von 15° C. gefüllt, hiezu werden

*) Arbeiten des kaiserlichen Gesundheitsamtes. Bd. IV. 1888.
**) Brennerei-Zeitung 1886, Nr. 56.

100 $cm^3$ des zu untersuchenden Alkohols, welcher genau 30volumprocentig (0·96564 spec. Gewicht) sein muss, und 1 $cm^3$ Schwefelsäure von 1·2857 specifischem Gewichte hinzugefügt, hierauf wird häufig und sehr kräftig durchgeschüttelt und bei genau 15° C. die Zunahme der Chloroformschichte abgelesen. Zur Berechnung des Fuselölgehaltes aus der Volumzunahme benützt man die Tabelle Nr. XXIV. Die relative Steighöhe des 30volumprocentigen Alkohols ist 21·64, die absolute demnach 1·64; eine absolute Steighöhe von 0·01 $cm^3$ zeigt einen Amylalkohol von 0·006631 Volumprocenten an.

**Tabelle Nr. XXIV.**
zur Ermittlung des Fuselölgehaltes.

| Abgelesen $cm^3$ | Volumprocente Fuselöl | Abgelesen $cm^3$ | Volumprocente Fuselöl |
|---|---|---|---|
| 21·64 | 0·0 | 21·98 | 0·2255 |
| 21·66 | 0·0133 | 22·00 | 0·2387 |
| 21·68 | 0·0265 | 22·02 | 0·2520 |
| 21·70 | 0·0398 | 22·04 | 0·26524 |
| 21·72 | 0·05305 | 22·06 | 0·2785 |
| 21·74 | 0·0663 | 22·08 | 0·2918 |
| 21·76 | 0·0796 | 22·10 | 0·3050 |
| 21·78 | 0·0928 | 22·12 | 0·3183 |
| 21·80 | 0·1061 | 22·14 | 0·3316 |
| 21·82 | 0·1194 | 22·16 | 0·3448 |
| 21·84 | 0·1326 | 22·18 | 0·3581 |
| 21·86 | 0·1459 | 22·20 | 0·37134 |
| 21·88 | 0·15914 | 22·22 | 0·3846 |
| 21·90 | 0·1724 | 22·24 | 0·3979 |
| 21·92 | 0·1857 | 22·26 | 0·4111 |
| 21·94 | 0·1989 | 22·28 | 0·4244 |
| 21·96 | 0·2122 | | |

*b) Bestimmung nach J. Traube.*)*

Traube bestimmt die Höhen, zu welchen unter gleichen äusseren Verhältnissen fuselölfreier Weingeist und fuselölhältiger Brantwein von gleichem specifischen Gewichte in Capillar-

*) Ber. d. deutsch. chem. Gesellschaft, 17, 2294.

röhren aufsteigen, und zieht aus der Differenz einen Schluss auf die Menge des vorhandenen Fuselöles. Nach einer Anregung Elsworthys *) lässt Traube **) gegenwärtig Capillarimeter herstellen, bei welchen ein Steigungswinkel geschaffen wurde, der 2—3mal so grosse Steighöhenunterschiede als bisher abzulesen gestattet, so dass nun 0·02 % Fuselöl in 20 %igem Sprit noch mit Sicherheit bestimmt werden können.

## Sonstige Bemerkungen.

Handelt es sich darum, den Volumprocentgehalt an Alkohol irgend einer Flüssigkeit in Gewichtsprocente umzusetzen, so bedient man sich folgender Gleichungen:

$$p = \frac{0{\cdot}7951 \,.\, V}{s};$$

wobei $p$ Gewichtsprocente, $V$ Volumprocente und $s$ das specifische Gewicht der alkoholhältigen Flüssigkeit bedeutet.

Was die Abmischung alkoholischer Flüssigkeiten auf einen bestimmten Gehalt anbelangt, so sind, wenn man die Volumprocente in Gewichtsprocente umsetzt, alle Rechnungen mit Benützung nachfolgender Gleichungen ungemein leicht durchzuführen.

Bedeutet: $p$ die Gewichtsmenge der einen alkoholhältigen Flüssigkeit, $p'$ die Gewichtsmenge der anderen alkoholhältigen Flüssigkeit, so ist die Summe der Gewichte der alkoholischen Flüssigkeiten:

$$P = p + p' \text{ (I.)}.$$

Wenn $p$ Gewichtstheile Flüssigkeit, $a$ Gewichtstheile Alkohol und $p'$ Gewichtstheile Flüssigkeit, $a'$ Gewichtstheile Alkohol enthalten, dann ist die Gewichtsmenge Alkohol der Mischung

$$A = a + a' \text{ (II.)}.$$

Ist die Menge Alkohol in Gewichtsprocenten, welche die Flüssigkeit $p$ enthält, $= \frac{a\,p}{100}$ und die Menge Alkohol in Gewichtsprocenten, welche die Flüssigkeit $p'$ enthält, $= \frac{a'\,p'}{100}$, dann ergibt sich die Menge Alkohol in Gewichtsprocenten der Mischung:

$$\frac{A\,P}{100} = \frac{a\,p}{100} + \frac{a'\,p'}{100} \text{ oder}$$

$$A\,P = a\,p + a'\,p' \text{ (III.)}.$$

*) Chem. Ztg. 1887. 11, 1520.
**) Zeitschr. f. analyt. Chemie 1889. 28, 26.

Aus der Gleichung III. kann man z. B. berechnen:

$$A = \frac{a\,p + a'\,p'}{P},$$

$$a = \frac{A\,P - a'\,p'}{p} \text{ etc.}$$

---

# B. Untersuchung der Liqueure.

Liqueure sind geistige Getränke, die 20—30 Gewichtsprocente Rohrzucker (manchmal auch kleine Mengen Invertzucker) und 25—30 Gewichtsprocente Alkohol enthalten und mit verschiedenen Gewürzauszügen, Tincturen, flüchtigen Ölen aromatisiert und verschieden gefärbt sind. Bei den Liqueuren ist zu bestimmen:

## I. Bestimmung des Alkohols.

Der Alkohol wird durch die Destillationsprobe bestimmt.

## II. Bestimmung des Extractes und der Asche.

Zur Extract-Bestimmung*) werden 30—50 *g* Liqueur in einer Schale bis zur Trockene eingedampft und bei 105° C. getrocknet, hierauf nach dem Erkalten gewogen.

Zur Erkennung der Farbstoffe und der aromatisierenden Substanzen wird der trockene Rückstand mit absolutem (96%igem) Alkohol behandelt; der Alkohol löst nur unbedeutende Mengen Zucker, besonders aber etwa gegenwärtiges Glycerin und Extractivstoffe der Zittwerwurzel, des Ingwers, der Aloë und dergl. Der Verdampfungsrückstand aus dem weingeistigen Auszuge gibt eingedampft ein Material, das noch näher untersucht werden muss.

Ein Theil des Extractrückstandes wird vorsichtig verkohlt, verbrannt und die Asche gewogen.

Wird die auf irgend eine Art bestimmte Zuckermenge und das Gewicht der Asche von dem Gewichte des Extractes abgezogen, so erhält man das Gewicht der anderen Extractivstoffe.

---

*) Hager's Untersuchungen. Bd. II., S. 362.

## III. Bestimmung des Zuckers.

(Nach F. Rathgen.*)

Rathgen setzt bei der zu besprechenden Methode vorau
dass die Zuckerbestimmung mittelst eines Saccharimete
(Soleil'schen Farben- oder Schmidt-Haensch'schen Halbschatte
apparates) mit Ventzke'scher Scala vorgenommen wird.

Wenn aus 26·048 $g$ Liqueur 100 $cm^3$ Lösung dargestel
werden und diese in einer Röhre von 200 $mm$ polarisiert wir
so drücken die beobachteten Grade Gewichtsprocente Zuck
in der angewendeten Substanz aus.

Die erste Prüfung, welche mit einem Liqueur vorzunehme
ist, besteht darin, dass man die wässerige Lösung mit etw
Kupfervitriol und Natronlauge erwärmt. Zeigt sich kein od
ein geringer Niederschlag von Kupferoxydul, so kann ohn
weiters polarisiert werden, andernfalls, d. h. bei Gegenwa
grösserer Mengen von Invertzucker oder Traubenzucker, i
das Clerget'sche Inversionsverfahren anzuwenden. Zu diese
Zwecke entnimmt man von den 100 $cm^3$ der Lösung, welch
aus der abgewogenen Menge Material hergestellt waren, mittel
einer Pipette 50 $cm^3$ und verwendet diese zur directen Polaris
tion, nöthigenfalls unter vorheriger Behandlung mit Klä
flüssigkeiten (Klärmitteln).

Die im 100 $cm^3$-Kölbchen verbleibende Flüssigkeit wi
mit 5 $cm^3$ concentrierter Salzsäure versetzt, 15 Minuten la
im Wasserbade auf 67—70° C. erwärmt, sodann auf gewöhnlic
Temperatur abgekühlt und mit Wasser auf 100 $cm^3$ verdünn
Bei dem Polarisieren der invertierten Lösung ist die Tem
peratur zu bestimmen. Bezeichnet $D$ die Ablenkung d
ursprünglichen Lösung, $Dr$ diejenige nach der Inversion, bei
bezogen auf 200 $mm$ Röhrenlänge und 26·048 $g$ angewandt
Substanz, so berechnet sich der Procentgehalt an Rohrzuck
$R$ aus der bekannten Formel von Clerget:

$$R = \frac{100\,(D - Dr)}{142{\cdot}4 - \frac{t}{2}},$$

in welcher, weil gewöhnlich die Ablenkung $P'$ nach lin
gerichtet (negativ) ist, die Differenz $P - P'$ in die Summe d
beiden Werte übergeht.

---

*) Zeitschr. f. analyt. Chemie, 27, S. 433.

Bei den Liqueuren gibt man gewöhnlich für die Praktiker die Anzahl Gramme Zucker an, welche in einem Liter derselben enthalten sind. Zur Ausführung des Inversions-Verfahrens wird dann nicht abgewogen, sondern ein bestimmtes Volumen $V$ des Liqueurs abgemessen.

$$\text{Gramme Rohrzucker im Liter} = \frac{26{\cdot}048\ (D - D')}{\left(142{\cdot}4 - \frac{t}{2}\right) V.}$$

Ist ein Liqueur frei von Invertzucker, so kann er direct polarisiert werden, da die Gegenwart von Alkohol keinen Einfluss auf die optische Drehung ausübt. Gefärbte Liqueure werden mit Blutkohle oder Spodium geklärt. Bedeutet $D$ die auf 200 *mm* Röhrenlänge bezogene Ablenkung, so ergeben sich die Anzahl Gramme Rohrzucker $Z$ im Liter aus:

$$Z = 2{\cdot}6048\ D.$$

Wenn die Liqueure, wie es bei den meisten derselben der Fall ist, alkalische Kupfervitriollösung in mehr oder weniger starkem Grade reducieren, so muss da, wie es schon Jodin gefunden hatte, dass die Linksdrehung einer Invertzuckerlösung umso kleiner wird, je mehr der Alkoholgehalt steigt, der Alkohol entfernt werden.

Man dampft 50 $cm^3$ (oder das Normalgewicht) des Liqueurs in einer Porzellanschale auf dem Wasserbade bis ungefähr zur Hälfte ein. Wenn der Liqueur sauer reagiert, muss er mit einigen Tropfen Ammoniak neutralisiert werden. Bei gefärbten Liqueuren wird sodann $^1/_2$ *g* Blutkohle oder Spodium nebst einigen $cm^3$ Thonerdebrei zugesetzt. Schliesslich filtriert man in einem 100 $cm^3$-Kolben, wäscht den Rückstand mit Wasser aus und verdünnt das Filtrat bis zur Marke. Die eine Hälfte der Flüssigkeit wird sodann zur directen Polarisation verwendet, die andere invertiert.

## IV. Bestimmung des Glycerins.

Wenn Glycerin dem Liqueure zugesetzt wurde, so wird derselbe wie bei den Süssweinen bestimmt. (Siehe diese.)

## C. Untersuchung des Amylalkohols.

Neuerer Zeit bestimmt man den wahren Methylalkoholgehalt des käuflichen Holzgeistes nach der Jodmethylmenge, die ein bestimmtes Quantum desselben zu bilden im Stande ist. Ein dahin abzielendes Verfahren von Krämer und Grodski*) besteht in Folgendem:

In ein kleines Kölbchen von 30 $cm^3$ Inhalt, welches mit einem rechtwinkelig angesetzten Kühlrohre versehen und in dessen Stöpsel ein Tropftrichter mit Hahn eingefügt ist, bringt man 15 *g* Zweifach-Jodphosphor, lässt 5 $cm^3$ des zu untersuchenden Methylalkohols tropfenweise einfliessen und fügt noch 5 $cm^3$ einer Lösung von 1 Theil Jod in 1 Theil Jodwasserstoffsäure (spec. Gew. 1·7) zu. Der Apparat ist so zu stellen, dass die während des Erwärmens in dem Kühlrohre verdichteten Dämpfe in das Kölbchen zurückfliessen. Nach kurzem Digerieren (5 Minuten) am aufsteigenden Kühler wird letzterer geneigt und das gebildete Jodmethyl aus dem Wasserbade in ein 25 $cm^3$ fassendes, theilweise mit Wasser gefülltes graduiertes Gefäss abdestilliert. Nach Beendigung der Destillation wird das Kühlrohr mit wenig Wasser nachgespült, das Gefäss bis zur Marke mit Wasser gefüllt, das gebildete Jodmethyl damit geschüttelt und dann die Menge des letzteren bei 15° C. abgelesen.

5 $cm^3$ absoluten, reinen Methylalkohols liefern nach Krämer und Grodski 7·45 $cm^3$ Jodmethyl (der Theorie nach 7·8 $cm^3$).

Nach Krell**) liefert Essigsäuremethyläther Jodmethyl in dem Masse, als es Methyl enthält. Da jedoch Essigsäuremethyläther zur Methylierung des Anilins ebenfalls entsprechend dem Gehalte an Methyl beiträgt, so kann man in den meisten Fällen der Praxis diese Fehlerquelle unberücksichtigt lassen.

Enthält der Holzgeist Äthylalkohol, so fallen die Resultate ungenau aus, da das Jodäthyl mit dem Jodmethyl gemessen wird. Man kann sich von der Anwesenheit des Äthylalkohols nach Berthelot***) dadurch überzeugen, dass man den fraglichen Holzgeist mit dem doppelten Gewichte concentrierter Schwefelsäure erhitzt.

*) Bericht d. chem. Gesellsch., Bd. VII., S. 1492, u. Bd. IX., S. 1920.
**) Jahresbericht f. Technologie 1873.
***) Post, Chem.-techn. Analyse, S. 911.

Methylalkohol liefert Methyläther, welcher von Wasser oder von concentrierter Schwefelsäure complet absorbiert wird, während der Äthylalkohol Äthylen liefert, welches im Wasser und concentrierter Schwefelsäure beinahe unlöslich ist (von letzterer wird das Äthylen gelöst, wenn es sehr lange damit in Berührung ist). Man lässt das Äthylen durch Brom absorbieren und kann auf diese Weise 1—2 Procente Äthylalkohol im Holzgeist erkennen.

Um einen Gehalt an Aceton im Methylalkohol nachzuweisen, welcher schon bei einer Menge von 1 Procent Aceton für die Theerfarben-Industrie unbrauchbar wird, benützt man nach G. Krämer*) eine Methode, die sich auf die Bildung von Jodoform aus Aceton gründet: In einem Kölbchen schüttelt man 10 $cm^3$ Natronlauge (80 *g* geschmolzenes Natronhydrat in 1000 $cm^3$ Wasser) mit 1 $cm^3$ des zu prüfenden Methylalkohols, fügt hierauf 5 $cm^3$ Jodlösung (254 *g* Jod, 500 *g* Jodkalium auf 1000 $cm^3$ Wasser) zu, schüttelt abermals tüchtig durch, und nimmt alsdann das ausgeschiedene Jodoform durch Schütteln mit 10 $cm^3$ alkoholfreiem Äther auf. Von der nach kurzer Zeit sich klar absetzenden Ätherschichte, die etwa 9·5 $cm^3$ beträgt, wird ein aliquoter Theil (5 $cm^3$) mittelst einer Pipette herausgenommen und auf einem gewogenen Uhrglase verdampft. Nach dem Verdampfen wird das Uhrglas kurze Zeit über Schwefelsäure gestellt und alsdann gewogen. Da ein Molecül Aceton (58 Gewichtstheile) 1 Molecül Jodoform (394 Gewichtstheile) liefert, von dem $\frac{9{\cdot}5}{5}$ Theil auf dem Uhrglase gewogen wurden, so hat man die ermittelte Gewichtsmenge mit $\frac{58 \times 9{\cdot}5}{394 \times 5}$ = nahezu 0·28 zu multiplicieren, um das in 1 $cm^3$ des geprüften Methylalkohols vorhandene Aceton zu erhalten.

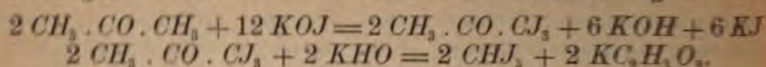
Unter Berücksichtigung des specifischen Gewichtes ($s$) des geprüften Methylalkohols lässt sich dann durch eine einfache Rechnung auch der Procentgehalt an Aceton ermitteln.

Angenommen, man habe in 1 $cm^3$ Methylalkohol vom specifischen Gewichte $s$ $a$ $g$ Aceton gefunden, so würde sich der Procentgehalt ergeben:

$$\text{Procentgehalt an Aceton: } x = \frac{100\,a}{s}.$$

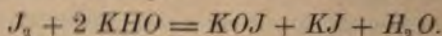
*) Hager's Untersuchungen, Bd. II., S. 420.

Nach J. Messinger*) wird das Aceton im Methylalkohol titrimetrisch bestimmt, welches Verfahren auf folgenden Umsetzungen des Acetons mit Jod in alkalischer Lösung beruht:



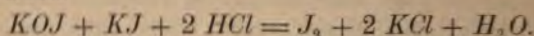
$$2\,CH_3\,.\,CO\,.\,CH_3 + 12\,KOJ = 2\,CH_3\,.\,CO\,.\,CJ_3 + 6\,KOH + 6\,KJ$$
$$2\,CH_3\,.\,CO\,.\,CJ_3 + 2\,KHO = 2\,CHJ_3 + 2\,KC_2H_3O_2.$$

Das überschüssige Jod ist als unterjodigsaures Kalium und Jodkalium in Lösung:



$$J_2 + 2\,KHO = KOJ + KJ + H_2O.$$

Hiernach sind 3 Mol. Jod für 1 Mol. Aceton erforderlich. Säuert man nach erfolgter Zersetzung des Acetons an, so wird das überschüssige Jod frei und kann mittelst Natriumthiosulfat titriert werden.



$$KOJ + KJ + 2\,HCl = J_2 + 2\,KCl + H_2O.$$

Zur Ausführung der Analyse sind erforderlich $\frac{n}{2}$ — Jodlösung, $\frac{n}{10}$ — Natriumthiosulfat-Lösung, Salzsäure vom spec. Gewicht 1·025, Kalilauge (56 *g* $KHO$ in 1 *l* Wasser).

Zur Ausführung der Analyse bringt man 20 $cm^3$ oder, bei Methylalkohol von höherem Acetongehalte, 30 $cm^3$ Kalilauge und 1—2 $cm^3$ des Methylalkohols (bei reiner Handelsware auch 10—15 $cm^3$) in eine 250 $cm^3$-Flasche mit gut eingeriebenem Stöpsel und schüttelt kräftig. Sodann lässt man aus der Bürette 20—30 $cm^3$ Jod hinzutropfen, schüttelt $^1/_4$—$^1/_2$ Minute, bis die Lösung klar erscheint, säuert mit soviel $cm^3$ Salzsäure an, als man Kalilauge gebrauchte, gibt $\frac{n}{10}$ — Natriumthiosulfat im Überschusse hinzu, versetzt mit Stärke und titriert mit Jodlösung zurück. Ist $m$ die gefundene Menge Jod, $y$ die entsprechende Menge Aceton, so hat man $y = \frac{58}{762}\,m = 0{\cdot}07612\,m$. Wurden $n$ $cm^3$ Methylalkohol angewendet, so enthalten 100 $cm^3$ desselben $\frac{m}{n}\,.\,7{\cdot}612$ *g* Aceton.

Dieses einfache Verfahren gibt, wenn das verwendete Ätzkali nitritfrei ist, genaue Resultate.

Die Methode zur Bestimmung des Amylalkohols von L. Marquardt**) ist auch zur Ermittlung des Fuselölgehaltes

*) D. chem. Ges. Ber. 1888. 21, 3366, und Chem.-Ztg. 1889. 2, 9.
**) Berliner Ber. XV. 1370, 1661. Zeitschr. f. a. Ch. 1883. 22, 126. Vortmann, Chem. Analyse, S. 121.

im Brantweine geeignet, wobei jedoch alle Fuselöle als Amylalkohol berechnet werden. Dieselbe beruht auf der Oxydation des Amylalkohols zu Valeriansäure mit Hilfe von Chromsäure. 150 *g* der zu untersuchenden Flüssigkeit (Brantwein) werden mit Wasser bis auf 12—15 Procente Alkoholgehalt verdünnt und hierauf mit je 50 $cm^3$ Chloroform (aus Chloral) dreimal, und zwar jedesmal ungefähr $^1/_4$ Stunde lang durchgeschüttelt. Die vereinigten 150 $cm^3$ Chloroform werden dreimal mit dem gleichen Volumen Wasser $^1/_4$ Stunde lang tüchtig geschüttelt. Das Chloroform, welches nun das gesammte Fuselöl, aber keinen Alkohol mehr enthält, wird nun in einer starkwandigen Flasche mit einer Auflösung von 5 *g* Kaliumbichromat in 30 *g* Wasser und mit 2 *g* Schwefelsäure übergossen, die Flasche gut verkorkt und ca. 6 Stunden im Wasserbade bei 85° C. unter öfterem Umschütteln erhitzt. Man bringt hierauf den Inhalt der Flasche in einen Destillierkolben, spült mit Wasser nach und destilliert bis auf 20 $cm^3$ ab; den Rückstand übergiesst man mit 80 $cm^3$ Wasser und destilliert nun bis auf den Rest von 5 $cm^3$. Das zwei Schichten bildende Destillat versetzt man mit Baryumcarbonat und digeriert es $^1/_2$ Stunde am Rückflusskühler; sodann destilliert man das Chloroform ab, dampft den Rest auf dem Wasserbade bis auf 5 $cm^3$ ein, filtriert vom überschüssigen Baryumcarbonat, wäscht dieses mit Wasser und verdampft das Filtrat auf dem Wasserbade zur Trockene. Der Rückstand wird in Wasser unter Zusatz einiger Tropfen Salpetersäure aufgelöst, die Lösung auf 100 $cm^3$ verdünnt und davon je 50 $cm^3$ zur Bestimmung des Baryums einerseits und des Chlors andererseits verwendet; die dem gefundenen Chlor entsprechende Menge Baryum wird von der im Rückstande enthaltenen Gesammtmenge des letzteren in Abzug gebracht. Für je 1 Molecül Baryum hat man 2 Molecüle Amylalkohol in Rechnung zu bringen; multipliciert man daher die erhaltene Menge Baryum mit der Zahl 1·28467, so erhält man die Anzahl Gramme Amylalkohol, welche in der zur Untersuchung verwendeten Menge des Brantweines enthalten sind, wobei alle Fuselöle als Amylalkohol berechnet werden. Wurde der Trockenrückstand der Baryumsalze vorher gewogen, so kann man aus dem Procentgehalte an Baryum (nach Abzug des Chlorbariums) ersehen, ob in dem Brantweine nur Amylalkohol oder auch andere Fuselöle enthalten sind, da das valeriansaure Baryum 45·13 % Baryum enthält. Zur Bestimmung kleinerer Mengen Amylalkohol als 0·1 pro mille muss man grössere Mengen (300 *g*) Weingeist zur Untersuchung verwenden.

Zum Schlusse sei hier die für Österreich gesetzlich vorgeschriebene Prüfung des Holzgeistes angeführt.*)

Nach dieser Vorschrift ist Folgendes zu beachten:

1. Farbe. Die Farbe des Holzgeistes soll der vorgeschriebenen Farbentype entsprechen. Zur Vergleichung mit der Farbentype ist der Holzgeist in das hiezu bestimmte Probefläschchen zu füllen und letzteres mit der breiten Fläche neben der Farbentype auf ein Blatt weisses Papier aufzulegen.

2. Das specifische Gewicht des Holzgeistes darf 0·84 nicht übersteigen, das heisst, seine mit einem geaichten hunderttheiligen Alkoholometer zu ermittelnde Stärke (Alkoholgehalt) darf nach Reduction auf die Normaltemperatur von 12° R. = 15° C. nicht geringer sein als 88 Procent.

3. Siedetemperatur. 100 $cm^3$ Holzgeist werden in einen Metallkolben gebracht; auf den Kolben ist ein mit einer Kugel versehenes Siederohr aufgesetzt, welches durch einen seitlichen Stutzen mit einem Liebig'schen Kühler verbunden ist. Durch die obere Öffnung wird ein amtlich beglaubigtes Thermometer mit hunderttheiliger Scala eingeführt, dessen Quecksilbergefäss bis unterhalb des Stutzens hinabreicht. Auch darf die Scala des Thermometers nicht allzuweit aus dem Dampfrohre herausragen. Der Kolben wird so mässig erhitzt, dass das übergegangene Destillat aus dem Kühler tropfenweise abläuft. Das Destillat wird in einem graduierten Glascylinder aufgefangen, und es sollen, wenn das Thermometer 75 Grade zeigt, bei normalem Barometerstand mindestens 90 $cm^3$ übergegangen sein.

Weicht der Barometerstand vom Normale ab, so soll für je 30 *mm* ein Grad in Abrechnung gebracht werden.

4. Mischbarkeit mit Wasser. 20 $cm^3$ Holzgeist sollen mit 40 $cm^3$ Wasser eine klare Mischung geben.

5. Abscheidung mit Natronlauge. Beim Durchschütteln von 20 $cm^3$ Holzgeist mit 40 $cm^3$ Natronlauge von 1·3 specifischem Gewichte sollen nach einer halben Stunde mindestens 5 $cm^3$ Holzgeist abgeschieden werden.

Zum Durchschütteln der vorgeschriebenen Mengen von Holzgeist und Natronlauge ist ein 100 $cm^3$ fassender, graduierter und mit einem angeschliffenen Glasstöpsel verschliessbarer Messcylinder zu verwenden. Das Durchschütteln selbst hat in horizontaler Richtung in mässiger Weise eine halbe Minute zu erfolgen.

---

*) Handausgabe der öst. Gesetze und Verordnungen, Heft 94, Brantweinsteuer-Vollzugsvorschrift, Abschnitt I., S. 381.

6. Aufnahmsfähigkeit für Brom: 100 $cm^3$ einer Lösung von Kaliumbromat und Kaliumbromid, welche nach der unten folgenden Anweisung hergestellt ist, werden mit 20 $cm^3$ einer in der gleichfalls unten angegebenen Weise verdünnten Schwefelsäure versetzt. Zu diesem Gemisch, das eine Bromlösung von 0·703 *g* Brom darstellt, wird aus einer in 0·1 $cm^3$ getheilten Bürette tropfenweise unter fortwährendem Umrühren so lange Holzgeist hinzugesetzt, bis dauernde Entfärbung eintritt. Zur Entfärbung sollen nicht mehr als 30 $cm^3$ und nicht weniger als 20 $cm^3$ Holzgeist erforderlich sein.

Die Prüfungen der Aufnahmsfähigkeit für Brom sind stets bei vollem Tageslicht auszuführen.

Anweisung zur Herstellung der Bestandtheile der Bromlösung:

*a) Bromsalze.* Nach wenigstens zweistündigem Trocknen bei 100° C. und Abkühlenlassen im Exsiccator werden 2·447 *g* Kaliumbromat und 8·7199 Kaliumbromid, welche vorher auf ihre Reinheit geprüft sind, abgewogen und in Wasser gelöst. Die Lösung wird zu einem Liter aufgefüllt.

*b) Verdünnte Schwefelsäure.* 1 Volumen conc. Schwefelsäure wird mit 3 Volumen Wasser vermischt. Das Gemisch lässt man erkalten.

Die vorschriftsmässige Bereitung der Mischung der Bromsalzlösung mit Schwefelsäure ist stets zweimal, und zwar jeweils in einem etwa 200 $cm^3$ fassenden Glasfläschchen mit eingeschliffenem Stöpsel vorzunehmen. Zu diesem Gemische in dem einen Fläschchen werden aus der 0·1 $cm^3$ getheilten Bürette in ununterbrochenem Strahle auf einmal 20 $cm^3$ Holzgeist zufliessen gelassen, während im zweiten Fläschchen ebenso 30 $cm^3$ Holzgeist zugefügt werden. Die mit Holzgeist versetzten Bromlösungen werden dann unter öfterem mässigen Schütteln beobachtet. Nach Ablauf von sechs Minuten muss die mit 20 $cm^3$ Holzgeist versetzte Bromlösung noch deutlich gelb gefärbt, dagegen jene mit 30 $cm^3$ Holzgeistzusatz bereits entfärbt erscheinen.

---

# D. Untersuchung der Presshefe.

Bei Untersuchung der Presshefe bezüglich ihres technischen Wertes hat man die folgenden Bestimmungen vorzunehmen:

## I. Bestimmung des Wassers und der Asche.

5—10 *g* Hefe werden aus dem Innern der Original-Pakete herausgenommen, durch Zerdrücken in kleinere Bröckchen zertheilt, zwischen zwei Uhrgläsern mit Spangen gewogen, hierauf bei 100° C. getrocknet und ausgewogen. Der Gewichtsverlust gibt das Wasser nahezu richtig an. Durch das Vertheilen der Hefe, durch das Zerdrücken wird das Austrocknen beschleunigt, da ein Zusammenballen und ein Zusammenfliessen dieser stark wasserhältigen Substanz (circa 75 Proc. Wasser) verhindert wird.

Ein Theil der Trockensubstanz wird in einem Porzellantiegel verkohlt und eingeäschert; da sich die Asche nicht weissbrennen lässt, so laugt man die erkaltete Asche mit Wasser aus, giesst die Lösung durch ein Filter, bringt die auf dem Filter zurückbleibende Kohle nach dem Trocknen in den Tiegel zurück und äschert dieselbe neuerdings ein; die Lösung wird nun successive in dem Tiegel auf dem Wasserbade eingedampft, hierauf wird der Tiegel sammt der Asche geglüht und nach dem Erkalten im Exsiccator gewogen. In der Asche wird die Phosphorsäure bestimmt.

## II. Bestimmung der Säuren.

5—6 *g* Hefe werden, nachdem man sie in einer Porzellanreibschale unter Wasserzusatz zerrieben hat, in einen Kolben gespült und längere Zeit (15—20 Minuten) auf dem Wasserbade unter öfterem Umschwenken erhitzt, wobei alle Säure vom Wasser gleichförmig aufgenommen wird.

Ein Verlust an Säure durch das Erwärmen ist nicht zu befürchten, da durch Versuche des Verfassers festgestellt wurde, dass in normaler Hefe nur Spuren flüchtiger Säuren vorhanden sind.

Man versetzt die etwas abgekühlte Lösung mit einigen Tropfen Phenolphthaleïn-Lösung und titriert mit Natronlauge bis zum Eintritte schwachrother Färbung. Es ist aber auch

thunlich, die Lösung von den Zellmembranen und Hefenzellen abzufiltrieren, mit heissem Wasser zu waschen und die klare Lösung zu titrieren. Die Säuremenge wird entweder in *mg* Natrumhydroxyd, die für 100 *g* Hefe erforderlich sind, oder in Procenten Milchsäure ausgedrückt.

## III. Bestimmung der Triebkraft (Gährkraft).

Nach E. Meissl.*)

Diese Untersuchung basiert auf der Voraussetzung, dass eine Hefe umso kräftiger ist, je mehr Kohlensäure sie unter sonst gleichen Verhältnissen aus einer bestimmten Menge Zucker entwickelt.

Zur Ausführung der Untersuchung nach dieser Methode bereitet man sich vorerst durch Zusammenreiben ein inniges Gemenge von:

400 *g* Rohrzucker-Raffinade,
25 *g* saures phosphorsaures Ammoniak,
25 *g* saures phosphorsaures Kali

und richtet sich ferner ein leichtes kleines Kölbchen von etwa 70—75 $cm^3$ Rauminhalt vor, das mit einem doppelt durchbohrten Kautschukstöpsel verschlossen ist. Durch die eine Bohrung geht ein rechtwinklig gebogenes Glasrohr, dessen längerer Theil bis nahe auf den Boden des Kölbchens reicht und dessen kürzerer während der Gährung verschlossen ist, die zweite Bohrung dient entweder zur Aufnahme eines kleinen Chlorcalciumrohres oder eines kleinen Schrötter'schen Trichters (*T*) (*Fig. 16*).

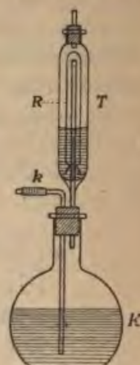


*Fig. 16.*

Die Prüfung der Hefe wird folgendermassen durchgeführt: In das Kölbchen *K* bringt man genau 4·5 *g* des obigen Zuckergemisches und löst dasselbe in 50 $cm^3$ eines Gemenges, das aus 70 Theilen destillierten gelüfteten Wassers und 30 Theilen einer gesättigten Gypslösung (nach Meissl und Ventin) besteht. Doch kann man auch ohne Gypslösung arbeiten (50 $cm^3$ destilliertes Wasser), da der Einfluss der kleinen Gypsmenge auf die Triebkraft in keinem Verhältnisse zu dem steht, den die andern Bedingungen der Methode ausüben.

*) Zeitschrift für Spiritusindustrie 1883, 1884, 1885.

In diese Lösung bringt man genau 1 *g* der fraglichen Hefe, die aus der Mitte der Probe zu nehmen ist und vertheilt diese durch Umschütteln so weit, dass keine Klümpchen bemerkbar sind.

Das Kölbchen sammt Inhalt wird hierauf gewogen, dann im Wasser von 30° C. gestellt und auf dieser Temperatur durch sechs Stunden erhalten. Die ersten zwei Stunden wird alle 10 Minuten, die letzten vier Stunden alle 15 Minuten je 10mal herumgeschwenkt. Nach Ablauf dieser Zeit wird das Kölbchen durch Eintauchen in kaltes Wasser rasch abgekühlt, abgewischt und gewogen. Da jedoch in der alkoholischen Flüssigkeit, als auch im Apparate Kohlensäure enthalten ist, so wird die Kappe (*k*) vom rechtwinklig gebogenen Glasrohre abgenommen und zur Verdrängung der Kohlensäure Luft durchgesaugt. Da die Gährung trotz der Abkühlung immer fortläuft und die Gewichtsabnahme umso grösser wird je länger gesaugt wird, so muss nicht nur die Art (circa 120 Luftblasen in der Minute), sondern auch die Zeitdauer des Saugens festgesetzt werden. Das Saugen hat eine Minute zu erfolgen; schliesslich wird das Kölbchen abermals gewogen, der Gewichtsverlust ergibt die durch die Gährung aus dem Zucker gebildete Kohlensäure.

Um endlich die von verschiedenen Hefesorten entwickelten Kohlensäuremengen und mit denselben die Triebkraft sofort vergleichen zu können, werden die Kohlensäuregewichte in Procenten der von einer Normalhefe (Meissl) unter denselben Verhältnissen erzeugten Kohlensäure-Quantität ausgedrückt, wobei unter Normalhefe eine solche verstanden ist, welche unter den gleichen Umständen aus 4·5 *g* Zuckerphosphat-Gemisch bei 30° C. in 6 Stunden 1·75 *g* Kohlensäure abscheidet.

Die Procente Triebkraft ergeben sich demnach aus folgender Gleichung:

$$\frac{a \,.\, 100}{1{\cdot}75} = \text{Procente Triebkraft (ohne Saugen),}$$

$$\frac{b \,.\, 100}{1{\cdot}75} = \text{Procente Triebkraft (1 Minute Luft durchgesaugt);}$$

wobei *a)* der Gewichtsverlust oder die Kohlensäuremenge, die ohne Luft durch den Apparat gesaugt zu haben und *b)* die Kohlensäure-Quantität nach einer Minute lang andauernder Luftdurchsaugung durch den Apparat bedeutet.

Es ist vortheilhaft, die von Pasteur*) bei der Gährung von reinem Rohrzucker gefundenen Zahlen der Berechnung zugrunde zu legen.

Nach Pasteur ergaben 9·998 *g* Candiszucker:

| | | |
|---|---|---|
| Absoluten Alkohol . . . . . . . . | 5·100 *g* — | 51·01 Proc. |
| Kohlensäure . . . . . . . . . . | 4·911 *g* — | 49·12 „ |
| Glycerin . . . . . . . . . . . | 0·340 *g* — | 3·40 „ |
| Bernsteinsäure . . . . . . . . . | 0·065 *g* — | 0·65 „ |
| Cellulose und unbestimmte Stoffe . | 0·130 *g* — | 1·30 „ |

Da in 4·5 *g* Zucker-Phosphat-Gemisch 4 *g* Rohrzucker enthalten sind, so müssten sich, falls aller Zucker in dieser Zeit vergähren könnte, nach Obigem 1·9648 *g* Kohlensäure gebildet haben, was einer Triebkraft von 100 Procenten gleichkommen würde.

Wurden aber in der Zeit von sechs Stunden bei 30° C. ohne Saugen nur *a g*, nach einer Minute langem Saugen von Luft durch den Apparat *b g* Kohlensäure entwickelt, dann lässt sich die Triebkraft procentisch aus folgenden Gleichungen berechnen:

$$\frac{100\,a}{1{\cdot}965} = \text{Procente Triebkraft ohne Saugen;}$$

$$\frac{100\,b}{1{\cdot}965} = \text{Procente Triebkraft (1 Minute Luft durchgesaugt).}$$

## II. Mikroskopische Prüfung und sonstige Beobachtungen.

Der Nachweis einer Verfälschung der Hefe mit Stärke ist keineswegs erbracht, wenn sich selbe mit wässeriger Jodlösung blaufärbt, da selbst ganz reine Hefe mit Jod behandelt schwache Violettfärbung zeigt. Einzelne Stärkekörner können, selbst in der besten Hefe, von der Erzeugung herrührend vorkommen, ferner auch Hülsentheilchen der Getreidearten etc., wenn die Hefe nicht gut gereinigt wurde. Unter dem Mikroskope lässt sich sehr leicht feststellen, ob die Hefe thatsächlich mit Stärke versetzt erscheint, ferner welche Art von Stärke dazu genommen wurde, ob die Hefe gut oder schlecht gereinigt ist und wie die Hefenzellen selbst beschaffen sind. Sehr gute Dienste zur Erkennung der Stärkearten leistet das Buch F. Höhnel's: „Die Stärke und die Mahlproducte." — Schimmelpilze etc. lassen sich gleichfalls mikroskopisch nachweisen.

---

*) Annalen d. Chemie und Physik, 3. Serie, 1860.

Eine Behandlung der Hefe mit starkem Alkohol und Eindampfung des alkoholischen Filtrates kann dazu dienen, die Bitterstoffe und das Harz des Hopfens zu erkennen, welche in der Bierhefe, die öfters als Zusatz zu der Spiritushefe verwendet wird, enthalten sind. Es muss jedoch vorausgesetzt werden, dass der Bierhefe nicht alle diese Stoffe durch vorherige Behandlung mit verdünntem Spiritus entzogen wurden. Der Geruch und die Farbe der Hefe, als auch das mehr weniger körnige Aussehen geben Anhaltspunkte zur Beurtheilung derselben.

---

# E. Untersuchung des Weines.

Die vollständige Weinanalyse umfasst folgende Bestimmungen:

## I. Bestimmung des specifischen Gewichtes.

Das specifische Gewicht des Weines wird bei 15° C. entweder mittelst eines Pyknometers oder eines Aræometers oder mit der Mohr-Westphal'schen Wage*) (*Fig. 17*), bestimmt. Man muss bei genauen Untersuchungen unbedingt trachten, die Normaltemperatur von 15° C. zu erreichen, und zwar durch Einstellen des Weines in

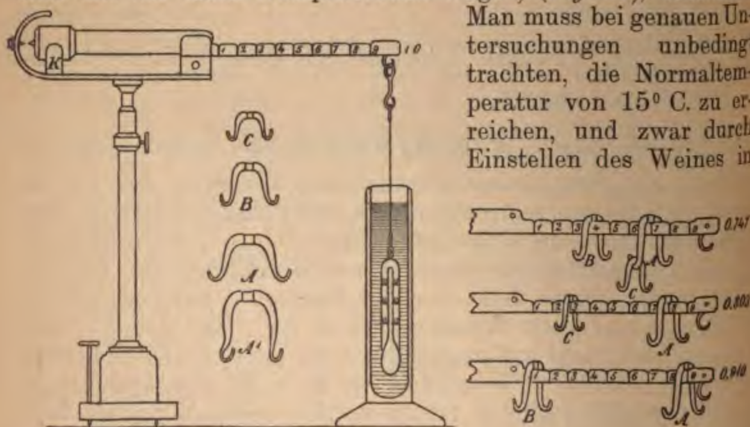



*Fig. 17.*

Wasser; fällt die Beobachtungs-Temperatur nicht mit dem Normale zusammen, so kann man sich zur Reduction folgender, von Pohl**) angegebener Correctionsformel bedienen.

*) Zeitschrift für analyt. Chemie, 9, 234.
**) Untersuchung österr. Weine, S. 10.

Bedeutet $d$ die abgelesene Dichte bei der Temperatur $t$ und $\triangle t$ die Temperatur-Differenz zwischen der normalen und der Beobachtungs-Temperatur, so ist die Dichte bei 15° C. $d_{15} = d \pm 0{\cdot}00016 \triangle t$.

## II. Bestimmung des Alkohols.

### *a) Directe Bestimmung.*

Die genauesten Resultate gibt entschieden nur die Destillationsprobe, wenn auch etwas mehr Zeit in Anspruch nehmend, als die Untersuchungen vermittelst des Geissler'schen Vaporimeters, der Ebullioskope, des Dilatometers, Liquometers etc. Die Destillationsprobe kann bei einiger Geschicklichkeit rasch durchgeführt werden; man darf sich jedoch nicht der Täuschung hingeben, dass man durch einen einzigen Versuch den Alkoholgehalt immer bis auf 0·1 % genau gefunden habe, da bereits ein Fehler in der vierten Decimalstelle der Dichte des Destillates einen Fehler von 0·1 Volumprocent verursachen kann.

Zur Ausführung der Destillationsprobe benützt man mannigfaltige Vorrichtungen. Ob aus einem Kolben oder einer Retorte in Verbindung mit einem Gmelin'schen, Liebig'schen oder Schlangenrohre destilliert wird, bleibt sich ziemlich gleich, nur muss die Zusammenstellung zweckmässig sein. Z. B. darf man nicht etwa 100 $cm^3$ Wein aus einer 500 $cm^3$ fassenden Retorte destillieren wollen.

Am zweckmässigsten geht man wie folgt vor:

Eine Flasche mit eingeriebenem Stöpsel füllt man bis zu $^2/_3$ ihres Volums mit dem zu untersuchenden Weine, befreit denselben durch Schütteln und Lüften der Flasche von der Kohlensäure, wiegt die Flasche sammt Inhalt ab, bringt von diesem Weine etwa 100 $g$ in das Destilliergefäss und spült den Trichter, mit welchem eingefüllt wurde, mit destilliertem Wasser nach. Durch Zurückwägen der Flasche findet man das Gewicht des verwendeten Weines. Der Wein wird hierauf im Destilliergefässe mit etwas Ätznatron neutralisiert, wobei derselbe eine Missfarbe annimmt; das Destillat wird in einem gewogenen Kölbchen aufgefangen. Es werden $^2/_3$ Volumen des angewendeten Weines abdestilliert, wobei man annimmt, dass sich dann bereits sämmtlicher Alkohol im Destillate befindet. — Das Gewicht des Destillates wird ermittelt und in demselben das specifische Gewicht entweder bei 12° R. = 15° C., falls man die Stampfer'sche Alkohol-Tabelle anwenden soll, oder bei 15·5° C. gesucht, wenn man die von Hehner berechnete Alkohol-Tabelle (Tabelle Nr. XXV.) zu gebrauchen beabsichtigt.

## Tabelle Nr. XXV.

| Spec. Gewicht bei 15·5° C. | Gewichts-Procente absoluten Alkohols | Volum-Procente absoluten Alkohols | Spec. Gewicht bei 15·5° C. | Gewichts-Procente absoluten Alkohols | Volum-Procente absoluten Alkohols |
|---|---|---|---|---|---|
| 1·0000 | 0·00 | 0·00 | 0·9964 | 2·06 | 2·58 |
| 0·9999 | 0·05 | 0·07 | 3 | 2·11 | 2·62 |
| 8 | 0·11 | 0·13 | 2 | 2·17 | 2·72 |
| 7 | 0·16 | 0·20 | 1 | 2·22 | 2·79 |
| 6 | 0·21 | 0·26 | 0 | 2·28 | 2·86 |
| 5 | 0·26 | 0·33 | 0·9959 | 2·33 | 2·93 |
| 4 | 0·32 | 0·40 | 8 | 2·39 | 3·00 |
| 3 | 0·37 | 0·46 | 7 | 2·44 | 3·07 |
| 2 | 0·42 | 0·53 | 6 | 2·50 | 3·14 |
| 1 | 0·47 | 0·60 | 5 | 2·56 | 3·21 |
| 0 | 0·53 | 0·66 | 4 | 2·61 | 3·28 |
| 0·9989 | 0·58 | 0·73 | 3 | 2·67 | 3·35 |
| 8 | 0·63 | 0·79 | 2 | 2·72 | 3·42 |
| 7 | 0·68 | 0·86 | 1 | 2·78 | 3·49 |
| 6 | 0·74 | 0·93 | 0 | 2·83 | 3·55 |
| 5 | 0·79 | 0·99 | 0·9949 | 2·89 | 3·62 |
| 4 | 0·84 | 1·06 | 8 | 2·94 | 3·69 |
| 3 | 0·89 | 1·13 | 7 | 3·00 | 3·76 |
| 2 | 0·95 | 1·19 | 6 | 3·06 | 3·83 |
| 1 | 1·00 | 1·26 | 5 | 3·12 | 3·90 |
| 0 | 1·06 | 1·34 | 4 | 3·18 | 3·98 |
| 0·9979 | 1·12 | 1·42 | 3 | 3·24 | 4·05 |
| 8 | 1·19 | 1·49 | 2 | 3·29 | 4·12 |
| 7 | 1·25 | 1·57 | 1 | 3·35 | 4·20 |
| 6 | 1·31 | 1·65 | 0 | 3·41 | 4·27 |
| 5 | 1·37 | 1·73 | 0·9939 | 3·47 | 4·34 |
| 4 | 1·44 | 1·81 | 8 | 3·53 | 4·42 |
| 3 | 1·50 | 1·88 | 7 | 3·59 | 4·49 |
| 2 | 1·56 | 1·96 | 6 | 3·65 | 4·56 |
| 1 | 1·62 | 2·04 | 5 | 3·71 | 4·63 |
| 0 | 1·69 | 2·12 | 4 | 3·76 | 4·71 |
| 0·9969 | 1·75 | 2·20 | 3 | 3·82 | 4·78 |
| 8 | 1·81 | 2·27 | 2 | 3·88 | 4·85 |
| 7 | 1·87 | 2·35 | 1 | 3·94 | 4·93 |
| 6 | 1·94 | 2·43 | 0 | 4·00 | 5·00 |
| 5 | 2·00 | 2·51 | 0·9929 | 4·06 | 5·08 |

| pec. wicht bei 5° C. | Gewichts-Procente absoluten Alkohols | Volum-Procente absoluten Alkohols | Spec. Gewicht bei 15·5° C. | Gewichts-Procente absoluten Alkohols | Volum-Procente absoluten Alkohols |
|---|---|---|---|---|---|
| 9928 | 4·12 | 5·16 | 0·9890 | 6·57 | 8·18 |
| 7 | 4·19 | 5·24 | 0·9889 | 6·64 | 8·27 |
| 6 | 4·25 | 5·32 | 8 | 6·71 | 8·36 |
| 5 | 4·31 | 5·39 | 7 | 6·78 | 8·45 |
| 4 | 4·37 | 5·47 | 6 | 6·86 | 8·54 |
| 3 | 4·44 | 5·55 | 5 | 6·93 | 8·63 |
| 2 | 4·50 | 5·63 | 4 | 7·00 | 8·72 |
| 1 | 4·56 | 5·71 | 3 | 7·07 | 8·80 |
| 0 | 4·62 | 5·78 | 2 | 7·13 | 8·88 |
| 9919 | 4·69 | 5·86 | 1 | 7·20 | 8·96 |
| 8 | 4·75 | 5·94 | 0 | 7·27 | 9·04 |
| 7 | 4·81 | 6·02 | 0·9879 | 7·33 | 9·13 |
| 6 | 4·87 | 6·10 | 8 | 7·40 | 9·21 |
| 5 | 4·94 | 6·17 | 7 | 7·47 | 9·29 |
| 4 | 5·00 | 6·24 | 6 | 7·53 | 9·37 |
| 3 | 5·06 | 6·32 | 5 | 7·60 | 9·45 |
| 2 | 5·12 | 6·40 | 4 | 7·67 | 9·54 |
| 1 | 5·19 | 6·48 | 3 | 7·73 | 9·62 |
| 0 | 5·25 | 6·55 | 2 | 7·80 | 9·70 |
| 9909 | 5·31 | 6·63 | 1 | 7·87 | 9·78 |
| 8 | 5·37 | 6·71 | 0 | 7·93 | 9·86 |
| 7 | 5·44 | 6·78 | 0·9869 | 8·00 | 9·95 |
| 6 | 5·50 | 6·86 | 8 | 8·07 | 10·03 |
| 5 | 5·56 | 6·94 | 7 | 8·14 | 10·12 |
| 4 | 5·62 | 7·01 | 6 | 8·21 | 10·21 |
| 3 | 5·69 | 7·09 | 5 | 8·29 | 10·30 |
| 2 | 5·75 | 7·17 | 4 | 8·36 | 10·38 |
| 1 | 5·81 | 7·25 | 3 | 8·43 | 10·47 |
| 0 | 5·87 | 7·32 | 2 | 8·50 | 10·56 |
| 9899 | 5·94 | 7·40 | 1 | 8·57 | 10·65 |
| 8 | 6·00 | 7·48 | 0 | 8·64 | 10·73 |
| 7 | 6·07 | 7·57 | 0·9859 | 8·71 | 10·82 |
| 6 | 6·14 | 7·66 | 8 | 8·79 | 10·91 |
| 5 | 6·21 | 7·74 | 7 | 8·86 | 11·00 |
| 4 | 6·28 | 7·83 | 6 | 8·93 | 11·08 |
| 3 | 6·36 | 7·92 | 5 | 9·00 | 11·17 |
| 2 | 6·43 | 8·01 | 4 | 9·07 | 11·26 |
| 1 | 6·50 | 8·10 | 3 | 9·14 | 11·35 |

| Spec. Gewicht bei 15·5 ° C. | Gewichts-Procente absoluten Alkohols | Volum-Procente absoluten Alkohols | Spec. Gewicht bei 15·5 ° C. | Gewichts-Procente absoluten Alkohols | Volum-Procente absoluten Alkohols |
|---|---|---|---|---|---|
| 0·9852 | 9·21 | 11·44 | 0·9814 | 12·08 | 14·93 |
| 1 | 9·29 | 11·52 | 3 | 12·15 | 15·02 |
| 0 | 9·36 | 11·61 | 2 | 12·23 | 15·12 |
| 0·9849 | 9·43 | 11·70 | 1 | 12·31 | 15·21 |
| 8 | 9·50 | 11·79 | 0 | 12·38 | 15·30 |
| 7 | 9·57 | 11·87 | 0·9809 | 12·46 | 15·40 |
| 6 | 9·64 | 11·96 | 8 | 12·54 | 15·49 |
| 5 | 9·71 | 12·05 | 7 | 12·62 | 15·58 |
| 4 | 9·79 | 12·13 | 6 | 12·69 | 15·68 |
| 3 | 9·86 | 12·22 | 5 | 12·77 | 15·77 |
| 2 | 9·93 | 12·31 | 4 | 12·85 | 15·86 |
| 1 | 10·00 | 12·40 | 3 | 12·92 | 15·96 |
| 0 | 10·08 | 12·49 | 2 | 13·00 | 16·05 |
| 0·9839 | 10·15 | 12·58 | 1 | 13·08 | 16·15 |
| 8 | 10·23 | 12·68 | 0 | 13·15 | 16·24 |
| 7 | 10·31 | 12·77 | 0·9799 | 13·23 | 16·33 |
| 6 | 10·38 | 12·87 | 8 | 13·31 | 16·43 |
| 5 | 10·46 | 12·96 | 7 | 13·38 | 16·52 |
| 4 | 10·54 | 13·05 | 6 | 13·46 | 16·61 |
| 3 | 10·62 | 13·15 | 5 | 13·54 | 16·70 |
| 2 | 10·69 | 13·24 | 4 | 13·62 | 16·80 |
| 1 | 10·77 | 13·34 | 3 | 13·69 | 16·89 |
| 0 | 10·85 | 13·43 | 2 | 13·77 | 16·98 |
| 0·9829 | 10·92 | 13·52 | 1 | 13·85 | 17·08 |
| 8 | 11·00 | 13·62 | 0 | 13·92 | 17·17 |
| 7 | 11·08 | 13·71 | 0·9789 | 14·00 | 17·26 |
| 6 | 11·15 | 13·81 | 8 | 14·09 | 17·37 |
| 5 | 11·23 | 13·90 | 7 | 14·18 | 17·48 |
| 4 | 11·31 | 13·99 | 6 | 14·27 | 17·59 |
| 3 | 11·38 | 14·09 | 5 | 14·36 | 17·70 |
| 2 | 11·46 | 14·18 | 4 | 14·45 | 17·81 |
| 1 | 11·54 | 14·27 | 3 | 14·55 | 17·92 |
| 0 | 11·62 | 14·37 | 2 | 14·64 | 18·03 |
| 0·9819 | 11·69 | 14·46 | 1 | 14·73 | 18·14 |
| 8 | 11·77 | 14·56 | 0 | 14·82 | 18·25 |
| 7 | 11·85 | 14·65 | 0·9779 | 14·91 | 18·36 |
| 6 | 11·92 | 14·74 | 8 | 15·00 | 18·48 |
| 5 | 12·00 | 14·84 | 7 | 15·08 | 18·58 |

| pec. wicht bei 5° C. | Gewichts-Procente absoluten Alkohols | Volum-Procente absoluten Alhohols | Spec. Gewicht bei 15·5° C. | Gewichts-Procente absoluten Alkohols | Volum-Procente absoluten Alkohols |
|---|---|---|---|---|---|
| )776 | 15·17 | 18·68 | 0·9738 | 18·23 | 22·36 |
| 5 | 15·25 | 18·78 | 7 | 18·31 | 22·46 |
| 4 | 15·33 | 18·88 | 6 | 18·38 | 22·55 |
| 3 | 15·42 | 18·98 | 5 | 18·46 | 22·64 |
| 2 | 15·50 | 19·08 | 4 | 18·54 | 22·73 |
| 1 | 15·58 | 19·18 | 3 | 18·62 | 22·82 |
| 0 | 15·67 | 19·28 | 2 | 18·69 | 22·92 |
| )769 | 15·75 | 19·39 | 1 | 18·77 | 23·01 |
| 8 | 15·83 | 19·49 | 0 | 18·85 | 23·10 |
| 7 | 15·92 | 19·59 | 0·9729 | 18·92 | 23·19 |
| 6 | 16·00 | 19·68 | 8 | 19·00 | 23·28 |
| 5 | 16·08 | 19·78 | 7 | 19·08 | 23·38 |
| 4 | 16·15 | 19·87 | 6 | 19·17 | 23·48 |
| 3 | 16·23 | 19·96 | 5 | 19·25 | 23·58 |
| 2 | 16·31 | 20·06 | 4 | 19·33 | 23·68 |
| 1 | 16·38 | 20·15 | 3 | 19·42 | 23·78 |
| 0 | 16·46 | 20·24 | 2 | 19·50 | 23·88 |
| )759 | 16·54 | 20·33 | 1 | 19·58 | 23·98 |
| 8 | 16·62 | 20·43 | 0 | 19·67 | 24·08 |
| 7 | 16·69 | 20·52 | 0·9719 | 19·75 | 24·18 |
| 6 | 16·77 | 20·61 | 8 | 19·83 | 24·28 |
| 5 | 16·85 | 20·71 | 7 | 19·92 | 24·38 |
| 4 | 16·92 | 20·80 | 6 | 20·00 | 24·48 |
| 3 | 17·00 | 20·89 | 5 | 20·08 | 24·58 |
| 2 | 17·08 | 20·99 | 4 | 20·17 | 24·68 |
| 1 | 17·17 | 21·09 | 3 | 20·25 | 24·78 |
| 0 | 17·25 | 21·19 | 2 | 20·33 | 24·88 |
| '749 | 17·33 | 21·29 | 1 | 20·42 | 24·98 |
| 8 | 17·42 | 21·39 | 0 | 20·50 | 25·07 |
| 7 | 17·50 | 21·49 | 0·9709 | 20·58 | 25·17 |
| 6 | 17·58 | 21·59 | 8 | 20·67 | 25·27 |
| 5 | 17·67 | 21·69 | 7 | 20·75 | 25·37 |
| 4 | 17·75 | 21·79 | 6 | 20·83 | 25·47 |
| 3 | 17·83 | 21·89 | 5 | 20·92 | 25·57 |
| 2 | 17·92 | 21·99 | 4 | 21·00 | 25·67 |
| 1 | 18·00 | 22·09 | 3 | 21·08 | 25·76 |
| 0 | 18·08 | 22·18 | 2 | 21·15 | 25·86 |
| 739 | 18·15 | 22·27 | 1 | 21·23 | 25·95 |

| Spec. Gewicht bei 15·5° C. | Gewichts-Procente absoluten Alkohols | Volum-Procente absoluten Alkohols | Spec. Gewicht bei 15·5° C. | Gewichts-Procente absoluten Alkohols | Volum-Procente absoluten Alkohols |
|---|---|---|---|---|---|
| 0·9700 | 21·31 | 26·04 | 0·9675 | 23·23 | 28·31 |
| 0·9699 | 21·38 | 26·13 | 4 | 23·31 | 28·41 |
| 8 | 21·46 | 26·22 | 3 | 23·38 | 28·50 |
| 7 | 21·54 | 26·31 | 2 | 23·46 | 28·59 |
| 6 | 21·62 | 26·40 | 1 | 23·54 | 28·68 |
| 5 | 21·69 | 26·49 | 0 | 23·62 | 28·77 |
| 4 | 21·77 | 26·58 | 0·9669 | 23·69 | 28·86 |
| 3 | 21·85 | 26·67 | 8 | 23·77 | 28·95 |
| 2 | 21·92 | 26·77 | 7 | 23·85 | 29·04 |
| 1 | 22·00 | 26·86 | 6 | 23·92 | 29·13 |
| 0 | 22·08 | 26·95 | 5 | 24·00 | 29·22 |
| 0·9689 | 22·15 | 27·04 | 4 | 24·08 | 29·31 |
| 8 | 22·23 | 27·13 | 3 | 24·15 | 29·40 |
| 7 | 22·31 | 27·22 | 2 | 24·23 | 29·49 |
| 6 | 22·38 | 27·31 | 1 | 24·31 | 29·58 |
| 5 | 22·46 | 27·40 | 0 | 24·38 | 29·67 |
| 4 | 22·54 | 27·49 | 0·9659 | 24·46 | 29·76 |
| 3 | 22·62 | 27·59 | 8 | 24·54 | 29·86 |
| 2 | 22·69 | 27·68 | 7 | 24·62 | 29·95 |
| 1 | 22·77 | 27·77 | 6 | 24·69 | 30·04 |
| 0 | 22·85 | 27·86 | 5 | 24·77 | 30·13 |
| 0·9679 | 22·92 | 27·95 | 4 | 24·85 | 30·22 |
| 8 | 23·00 | 28·04 | 3 | 24·92 | 30·31 |
| 7 | 23·08 | 28·13 | 2 | 25·00 | 30·40 |
| 6 | 23·15 | 28·22 | | | |

Was die Berechnung anbelangt, so lassen sich nachfolgende Gleichungen in eine vereinigen:

Wurden $w$ Gramme Wein zur Untersuchung genommen, $d$ Gramme Destillat erhalten, in diesem durch das ermittelte specifische Gewicht $p$ Procente Alkohol gefunden, und bezeichnet man mit $y$ die Anzahl Gramme Alkohol, die im ganzen Destillat enthalten sind, so ergibt sich:

$$100 : p = d : y;$$

$$y = \frac{p \cdot d}{100}.$$

Da aller Alkohol, der im Weine war, in das Destillat übergegangen ist, so findet man den Gehalt des Weines an Alkohol in Gewichtsprocenten ($x$):

$$w : \frac{p \cdot d}{100} = 100 : x,$$

$$x = \frac{p \cdot d}{w}.$$

Hier sei noch erwähnt, dass die bei der Analyse gefundenen Resultate auch in Grammen, bezogen auf 100 $cm^3$ Wein, ausgedrückt werden.

*b) Indirecte Methode.*

1. Nach Hager.*)

50 $cm^3$ Wein, dessen specifisches Gewicht bestimmt wurde, werden in einer Porzellanschale auf $^1/_3$ eingedampft, der Rückstand vor dem vollständigen Erkalten, um eine Weinsteinausscheidung zu verhindern, in ein 50 $cm^3$ fassendes Kölbchen gebracht und nach dem Erkaltenlassen vollends bis zur Marke mit destilliertem Wasser aufgefüllt.

Von der so erhaltenen Lösung bestimmt man das specifische Gewicht.

Die Differenz aus dem specifischen Gewichte des zu untersuchenden Weines einerseits und des entgeisteten und wieder auf das ursprüngliche Volumen aufgefüllten Weines andererseits von 1·000 subtrahiert, ergibt das specifische Gewicht eines Weingeistes von demselben Gehalte, welchen der ursprüngliche Wein besitzt.

Die dem so gefundenen specifischen Gewichte entsprechenden Gewichtsprocente an Alkohol erfährt man aus der Hehner'schen Tabelle (Tabelle Nr. XXV.).

Die Berechnung ergibt sich aus Folgendem:

Wenn $s_1$ das specifische Gewicht des ursprünglichen Weines, $s_2$ das specifische des entgeisteten und auf das ursprüngliche Volumen aufgefüllten Weines bedeutet, dann ist $1 - (s_2 - s_1) =$ dem specifischen Gewichte des Alkohols, der im Weine enthalten ist; aus diesem specifischen Gewichte findet man aus den Alkohol-Tabellen den Procentgehalt.

*) Pharmac. Centralhalle, 19, 161; Borgmann, Analyse des Weines, S. 26.

## 2. Nach Balling.

Genauere Resultate gibt die Balling'sche Probe, welche zunächst nur für Bierproben angewendet wurde und dem Wesen nach nichts anderes als die vervollkommnete specifische Methode ist. Von Balling wurde die für die Biercontrole so wichtige Probe durch die in geistreicher Weise geschaffenen negativen Zuckerprocente für die Weinanalyse brauchbar gemacht.

Bei der Bieranalyse sollen in möglichster Kürze die Grundzüge der Methode besprochen werden, hier jedoch nur die praktische Durchführung der Probe erklärt und die Berechnung an einem Beispiele gezeigt werden.

Es wird die Dichte des ursprünglichen, durch Schütteln von Kohlensäure befreiten Weines bei 17·5° C. bestimmt. Hierauf werden etwa 50 *g* Wein in einer tarierten Schale oder in einem Bechergläschen abgewogen, der Wein bis auf $^1/_3$ seines Volumens abgedampft, noch vor dem vollständigen Erkalten, um einer Weinsteinausscheidung vorzubeugen, mit etwas destilliertem Wasser verdünnt. Nachdem die Flüssigkeit die Zimmertemperatur angenommen hat, wird so viel destilliertes Wasser hinzugefügt, bis das ursprüngliche Gewicht erreicht ist.

In der so erhaltenen Lösung bestimmt man mittelst eines Pyknometers das specifische Gewicht bei 17·5° C.

Die Dichten setzt man nach der Balling'schen Tabelle (siehe Bieranalyse) in Zuckerprocente um. — Die meisten Weine besitzen ein kleineres specifisches Gewicht als 1·0000, weshalb man aus der Tabelle Nr. XXVI. die sogenannten „Negativen Zuckerprocente“ Balling's, die den gefundenen specifischen Gewichten entsprechen, suchen muss.

Als Attenuationsquotient nimmt man im Mittel für $q \doteq 1{\cdot}221$ (annähernd $\doteq$).

Die Gleichungen, die bei der Rechnung zu benützen sind, lauten:

$$p = \frac{nq - m}{q - 1} = \frac{n - m}{q - 1} + n$$

$$A = (n - m)\, c$$

Ein Beispiel soll die Berechnung erklären:

Es wurde die Dichte des ursprünglichen Weines: $d_1 = 0{\cdot}9948$ gefunden; wird diese nach Tabelle XXVI. in Zuckerprocente umgesetzt, so erhält man: $m = -1{\cdot}307$. Der Dichte des gekochten, auf das ursprüngliche Gewicht aufgefüllten Weines: $d_2 = 1{\cdot}0094$ entspricht nach Balling ein Zuckerprocentgehalt: $n = 2{\cdot}350$. (Siehe Tabelle Nr. XXVII.)

## Tabelle Nr. XXVI.

zur Balling'schen Weinprobe, giltig für die Temperatur 17·5 ° C.

(Negative Zuckerprocente.)

| | |
|---|---|
| 0 | 1·0000 |
| — 1 | 0·9960 |
| — 2 | 0·9920 |
| — 3 | 0·9880 |
| — 4 | 0·9840 |
| — 5 | 0·9800 |
| — 6 | 0·9760 |
| — 7 | 0·9719 |
| — 8 | 0·9678 |
| — 9 | 0·9637 |
| — 10 | 0·9596 |
| — 11 | 0·9554 |
| — 12 | 0·9512 |
| — 13 | 0·9470 |
| — 14 | 0·9428 |
| — 15 | 0·9386 |

Die Differenz $n - m = 3{\cdot}657$ und $q \doteq 1{\cdot}221$ in obige Gleichung eingesetzt, geben einen angenäherten Wert von $p$:

$$p \doteq \frac{3{\cdot}657}{0{\cdot}221} + 2{\cdot}350 \doteq 18{\cdot}897.$$

Nach der Tabelle Nr. XXVIII. ist für dieses $p$ ein viel näherer Wert von $q = 1{\cdot}224$ zu finden. Die Rechnung neuerdings mit diesem Werte durchgeführt gibt:

$$p = \frac{3{\cdot}657}{0{\cdot}224} + 2{\cdot}350 = 18{\cdot}675.$$

Diesem wahren Werte $p$ entspricht nach der Tabelle Nr. XXVIII. ein Alkoholfactor $c = 2{\cdot}4655$.

Daraus der Alkohol nach der Gleichung $A = (n - m)\, c$ berechnet, gibt $A = 3{\cdot}657 \times 2{\cdot}4655 = 9{\cdot}016$, d. h. 9·02 Gewichtsprocente Alkohol.

Das $n = 2{\cdot}350$ entspricht annähernd dem auf indirectem Wege gefundenen Extractgehalte.

## III. Bestimmung des Extractes und der Aschenbestand-theile.

### *a) Directe Bestimmung.*

Aus einer mit eingeriebenem Stöpsel versehenen, mit Wein gefüllten Flasche bringe man mittelst Zurückwägen 20—40 *g* Wein in eine flache Platinschale. (Bei Süssweinen nimmt man das geringere Quantum 20 *g*.) Der Abdampfrückstand wird durch $2^1/_2$ Stunden im Wassertrockenschrank getrocknet und nach dem Abkühlen im Exsiccator gewogen. Eine Gewichtsconstanz ist nicht zu erreichen, da sich d Glycerin verflüchtigt.

Man erhitzt hierauf den erhaltenen Extract vorsicht über einer kleinen Flamme, wobei sich die Masse aufbläh bräunt und verkohlt; dann wird verascht. Sollte sich Asche nicht weissbrennen lassen, was meist durch Chlori verhindert ist, so wird die Kohle mit heissem Wasser au gezogen und die Lösung durch ein Filter, dessen Aschengeh bekannt ist, filtriert. Die Kohle sammt Filter wird neuerdin nach dem Trocknen in der Platinschale eingeäschert und filtrierte Lösung darin verdampft. Vorher ist die Reaction Lauge zu prüfen, die meist stark alkalisch ist. Schliessli wird die Asche mit Ammoniumcarbonat-Lösung befeuchtet, den gebildeten Ätzkalk in kohlensauren Kalk überzuführ gelinde geglüht und nach dem Erkalten gewogen.

Nur bei gegypsten oder stark geschwefelten Weinen ze die Asche eine neutrale Reaction.

Die Bestimmung der einzelnen Mineralbestandthe geschieht entweder im Weine selbst oder in dessen Asc nach bekannten Methoden.

Im Weine selbst bestimmt man die Schwefelsäu Phosphorsäure und das Chlor entweder gewichts- oder ma analytisch, während Kalk, Magnesia, Thonerde, Eisenoxyd u Alkalien in der Asche ermittelt werden.

### *b) Indirecte Extract-Bestimmung.*

Die indirecte Methode mit Benützung der Hager- od der Schultze'schen Tabelle,*) den Extractgehalt aus de specifischen Gewichte zu finden, gibt ungenaue Resultate. I

*) E. Borgmann, Analyse des Weines, S. 30.

Tabellenangaben beider Autoren weichen sehr weit von einander ab.

In der Schweiz erfolgt die Berechnung des Trockenrückstandes nach einer Tabelle, deren Angaben die arithmetischen Mittel der entsprechenden Daten der Hager'schen und der Schultze'schen Tabelle sind.

Genauere Angaben gibt die Balling'sche Probe, bei welcher jedoch der Trockenrückstand in Zuckerprocenten ausgedrückt erscheint. Zur raschen Controle-Bestimmung ist diese Probe von allen indirecten Methoden die beste.

Das specifische Gewicht des gekochten, auf das ursprüngliche Gewicht aufgefüllten Weines in Zuckerprocenten ($n$) nach Balling ausgedrückt, gibt den Extractgehalt in Procenten.

## IV. Bestimmung der Säuren.

### *a) Gesammte Säuren.*

Es ist allgemein gebräuchlich, die Säuremenge des Weines auf Weinsäure ($C_4\ H_6\ O_6$) zu beziehen, wenn auch im Weine andere Säuren sowohl im freien, als auch halbgebundenen Zustande enthalten sind. Eine Ausnahme hievon machen die Franzosen, welche die Säuremenge auf Schwefelsäure berechnen.

Rechnet man das mittlere Moleculargewicht aller im Weine gefundenen Säuren, so sieht man,*) dass es besser und der Wahrheit näherkommend wäre, wenn man die hypothetische wasserfreie Weinsäure $C_4\ H_4\ O_5$ der Berechnung zugrundelegen würde.

Alle im Weine sicher nachgewiesenen Säuren: Essig-, Milch-, Propion-, Gerb-, Önanth-, Bernstein-, Wein-, Trauben-, Äpfel- und Citronen-Säure, geben ein mittleres Moleculargewicht von 126·8.

Wenn man die am häufigsten und in grösster Menge vorkommenden Säuren des Weines: Wein-, Äpfel- und Bernstein-Säure berücksichtigt, so ergibt sich ein mittleres Moleculargewicht von 134. Das Moleculargewicht der wasserfreien Weinsäure $C_4\ H_5\ O_5$ — 132 kommt demnach dem mittleren Moleculargewichte aller vorhandenen Säuren viel näher als das der Weinsäure $C_4\ H_6\ O_6$ mit 150. Zur Bestimmung wiegt man ca. 10 $g$ Wein ab; man kann auch 10 $cm^3$ abmessen und durch Multiplication mit dem specifischen Gewichte das absolute Gewicht des verwendeten Weines finden.

Der Wein wird stark verdünnt, mit einigen Tropfen frisch bereiteter Blauholz-Extractlösung, die die Flüssigkeit goldgelb

*) Pohl, Untersuchung österr. Weine.

färbt, versetzt, hierauf mit $\frac{n}{10}$ — Normallauge titriert. Das Eintreten eines violetten Schimmers gibt die Grenze der Neutralisation an. Man kann auch die Tüpfelprobe mit rothem und blauem empfindlichem Lackmuspapier in Anwendung bringen.

*b) Flüchtige und fixe Säuren.*

Die durch Destillation erhaltenen Säuren werden titrimetrisch bestimmt und deren Menge in Gewichtsprocenten Essigsäure ausgedrückt. Rechnet man die Essigsäure in wasserfreie Weinsäure (oder in Weinsäure) um und zieht dieses Resultat von der Menge der gesammten Säuren ab, so erhält man die fixen (nichtflüchtigen) Säuren.

Es ist nicht thunlich, den Destillationsrückstand zur Bestimmung der fixen Säuren zu titrieren, da die Säuren beim Erhitzen Veränderungen erleiden.

Da die Essigsäure einen höheren Siedepunkt (119° C.) als das Wasser besitzt, so würde man durch gewöhnliche Destillation




*Fig. 18.*

nicht alle flüchtigen Säuren erhalten. Um diesen Übelstand zu beseitigen, destilliert man nach R. Landmann mittelst Wasserdampf. Der in dem Kolben $K_1$ entwickelte Wasserdampf reisst die flüchtigen Säuren in $K_2$ mit; diese werden im Kolben $K_3$ gesammelt. *Fig. 18* zeigt eine zweckmässige Zusammenstellung des Versuches. Wenn die Flamme unter dem Kolben $K_1$ weggenommen wird, so muss man bei $S$ mit einem Quetschhahn abschliessen, sonst könnte die Flüssigkeit aus $K_2$ nach $K_1$ getrieben werden.

## V. Bestimmung des Weinsteins und der freien Weinsäure.

Ausser den flüchtigen und fixen Säuren werden im Weine auch Citronen-, Äpfel- und Bernsteinsäure bestimmt, doch hat deren Bestimmung und Trennung für die gewöhnliche Analyse geringe Bedeutung.

Die besten Methoden zu der Bestimmung dieser letzten rei Säuren sind von Nessler und Barth*), R. Kayser**), ferner on C. Schmitt und C. Hiepe***) angegeben worden.

Es muss bei der Bestimmung des Weinsteines und der reien Weinsäure bemerkt werden, dass letztere nur dann efunden werden kann, wenn der Kaligehalt des Weines nicht usreicht, die vorhandene Weinsäure als Weinstein auszuscheiden.

Auch die beste der bekannten Methoden zur Bestimmung des Weinsteines im Weine gibt keine vollkommen richtigen Resultate, da geringe Mengen Weinstein von Alkoholäther gelöst werden.

Borgmann†) gibt folgendes Verfahren an:

50 *g* Wein werden in einer Porzellanschale unter Zusatz von etwas gewaschenem (mit Salzsäure und destilliertem Wasser) und ausgeglühtem Quarzsand zur Syrupconsistenz eingedampft und nach dem Erkalten ca. 70 $cm^3$ Alkohol (96procentig) unter beständigem Umrühren zugegossen. Nach 12stündigem Stehen bei möglichst niederer Temperatur wird filtriert, die ausgeschiedene Masse mit Alkohol so lange ausgewaschen, bis das Filtrat nicht mehr sauer reagiert.

Das Filtrat wird zur Bestimmung der eventuell vorhandenen freien Weinsäure aufbewahrt.

Nun bringt man das Filter in die Schale zurück, setzt heisses Wasser zu und filtriert durch ein neues Filterchen. Das Auslaugen mit heissem Wasser wird so lange fortgesetzt, bis das Filtrat keine saure Reaction mehr zeigt, und alsdann wird letzteres mit $\frac{n}{10}$ — Normallauge titriert. Die verbrauchte Anzahl $cm^3$ wird in Procente Weinstein umgerechnet.

Das alkoholische Filtrat des ausgeschiedenen Weinsteines wird auf ein bestimmtes Volumen mit Wasser aufgefüllt und genau in zwei gleiche Theile getheilt. Den einen Theil neutralisiert man genau mit $\frac{n}{10}$ — Normal-Kalilösung, vereinigt hierauf die beiden Theile, destilliert den Alkohol ab, bringt den Rückstand in eine Porzellanschale, setzt Quarzsand zu, verdampft auf dem Wasserbade zur Syrupconsistenz, verfährt mit diesem Rückstande genau wie bei der Bestimmung des Weinsteines angegeben wurde und erhält sodann die Hälfte des Gehaltes

*) Zeitschr. f. analyt. Chemie, 21, 62.
**) Repert. f. analyt. Chemie, 1, 210.
***) Zeitschr. f. analyt. Chemie, 21, 535.
†) E. Borgmann, Analyse des Weines, S. 39 und 42.

an freier Weinsäure. Man muss nämlich berücksichtigen, dass nur die Hälfte der im Weine enthaltenen freien Weinsäure titriert wird, weshalb das Resultat zu verdoppeln ist.

Da eine qualitative Prüfung auf freie Weinsäure fast genau so viel Zeit in Anspruch nimmt, als eine quantitative, so wird man immer letztere durchführen, selbst auf die Gefahr hin, dass überhaupt keine freie Weinsäure vorhanden sein sollte.

## VI. Bestimmung des Glycerins.

### *a) Bei gewöhnlichen Weinen.*)*

100 $cm^3$ Wein werden durch Verdampfen auf dem Wasserbade in einer geräumigen, nicht zu flachen Porzellanschale bis auf circa 10 $cm^3$ verdampft, etwas Quarzsand und Kalkmilch bis zur stark alkalischen Reaction zugesetzt und fast bis zur Trockene verdampft. Den Rückstand behandelt man unter stetem Zerreiben mit 50 $cm^3$ Weingeist (96%), kocht ihn damit unter Umrühren auf dem Wasserbade auf, giesst die Lösung durch ein Filter ab und erschöpft das Unlösliche durch Behandeln mit kleinen Mengen erhitzten Weingeistes von 96%, wozu in der Regel 50—150 $cm^3$ ausreichen, so dass das Gesammtfiltrat 100—200 $cm^3$ beträgt. Den weingeistigen Auszug verdunstet man im Wasserbade zur zähflüssigen Consistenz (die Hauptmenge des Weingeistes kann durch Destillation wieder gewonnen werden), der Rückstand wird mit 10 $cm^3$ absolutem Alkohol aufgenommen, in einem verschliessbaren Gefässe mit 15 $cm^3$ Äther vermischt, bis zur Klärung stehen gelassen und die klar abgegossene, eventuell filtrierte Flüssigkeit in einem leichten, mit einem Glasstopfen verschliessbaren Wägefläschchen (ca. 50 $cm^3$ Inhalt) so lange vorsichtig eingedampft, bis der Rückstand nicht mehr leicht fliesst, worauf man ihn noch eine Stunde lang im Wassertrockenschranke trocknet; nach dem Erkalten wird gewogen. Eventuell kann man das erhaltene Rohglycerin einäschern und die Aschenmenge von demselben in Abrechnung bringen.

Da jedoch durch das wiederholte Abdampfen und Trocknen Verluste durch Verdampfung des Glycerins eintreten, so ist es klar, dass alle Methoden, die auf ähnlichen Principien beruhen, niemals ganz richtige Resultate geben können, und es kann nach Borgmann**) die geringe Aschenmenge die Correctur für das verflüchtigte Glycerin abgeben.

---

*) Weinlaube 1889.
**) Analyse des Weines, S. 69.

*b) Bei Süssweinen.*

Nach Borgmann.*)

100 $cm^3$ Wein werden in einer Porzellanschale mit etwas Quarzsand auf dem Wasserbade zur Trockene verdampft. Die zurückbleibende syrupartige Masse zieht man sodann nach und nach mit einem abgemessenen Volumen absoluten Alkohols (100—150 $cm^3$, je nach dem Zuckergehalte) aus und vereinigt die Auszüge in einem geräumigen Glaskolben. Hiezu fügt man auf 1 Theil des angewandten Alkohols $1^1/_2$ Theile Äther, schüttelt gut durch und lässt die Masse so lange ruhig stehen, bis die Flüssigkeit vollkommen klar geworden ist. Auf dem Boden hat sich der grösste Theil des Zuckers als syrupartige Masse abgesetzt, während in der Alkohol-Ätherlösung das ganze Glycerin vorhanden ist. Man giesst die klare Lösung von dem Bodensatze ab und spült letzteren noch einigemale mit geringen Mengen eines Gemisches von 1 Theil Alkohol und $1^1/_2$ Theil Äther nach. Die vereinigten Lösungen destilliert man sodann ab, bringt den Rückstand mit Hilfe von etwas Wasser in eine Porzellanschale und verfährt damit wie bei gewöhnlichen Weinen.

Zur Controle oder um auf einen Zusatz von Weingeist, beziehungsweise Glycerin zu schliessen, lässt sich nach Pohl**) mit Benützung der Pasteur'schen Untersuchungen (siehe Presshefe) und mit Berücksichtigung, dass 100 Gewichtstheile Rohrzucker 105·26 Gewichtstheilen wasserfreien Traubenzucker äquivalent sind, näherungsweise der Glyceringehalt ($G$) aus dem gefundenen Alkoholgehalte ($A$), in Gewichtsprocenten ausgedrückt, berechnen:

$$G = A \times 0{\cdot}071.$$

Diese Gleichung gilt nur bei Jungweinen, da beim längeren Lagern das Glycerin zerlegt wird; ist Glycerin absichtlich zugesetzt, so kann diese Relation dazu dienen, diese Verfälschung nachzuweisen, wenn das Glycerin nebstbei direct bestimmt wurde. Bei Beurtheilung von Süssweinen ist dieses Verhältnis nicht immer massgebend.

## VII. Bestimmung des Zuckers.

Dieser Bestimmung hat immer ein Versuch bezüglich des Verhaltens des Weines zum polarisierten Lichte vorherzugehen.***)

*) Analyse des Weines, S. 70.

**) Untersuchung österr. Weine, S. 122.

***) Landolt, Das optische Drehungsvermögen organischer Substanzen etc.

Hiedurch kann man erfahren, 1. ob ein Wein unvergohren Zucker enthält, 2. ob ein Wein unter Mitwirkung von künstliche Traubenzucker (Kartoffelzucker) bereitet wurde und demzufol noch die unvergährbaren Stoffe des letzteren in dem Wei vorhanden sind.

Man gibt das Resultat der polarimetrischen Untersuchu in Wild'schen Graden (Röhrenlänge von 220 *mm*) an, wol Drehungen unter + 0·3° Wild nicht berücksichtigt werden. I quantitative Bestimmung des Zuckers wird nach Allihn v genommen (siehe Stärkezucker).

Obgleich der in dem Weine unvergohrene Zucker in d meisten Fällen ein Gemisch von Levulose und Dextrose i so wird dennoch allgemein der Zucker auf Dextrose bezog

Wurde in dem Weine durch Inversion mit Salzsäu (spec. Gewicht 1·1) Rohrzucker dadurch nachgewiesen, dass *O*-Drehung oder die Rechts-Drehung in eine Drehung na links verwandelt wurde, so wird zunächst der Fehling'sc Lösung direct reducierende Zucker nach Allihn bestimn hierauf wird eine bestimmte Menge Wein durch verdünn Salzsäure invertiert. In der entgeisteten Lösung, welc invertiert und neutralisiert wurde, wird der Zucker aberm bestimmt.

Wenn man die Berechnung in beiden Fällen auf Stärk zucker ausführt, so muss man die Differenz beider Bestimmung mit 0·95 multiplicieren, um den Gehalt an Rohrzucker zu find

## VIII. Bestimmung des Stickstoff- und des Albumin-Gehaltes.

In den gewöhnlichen, zweckentsprechend behandelt Weinen sind keine bemerkenswerten Mengen von Eiweisskörpe vorhanden, in geklärten, sowie Schaumweinen etc. hingeg können ziemliche Quantitäten stickstoffhältiger Substanzen nac gewiesen werden.

Der Stickstoffgehalt wird im trockenen Extracte quantitat entweder nach Will-Varrentrapp oder nach der von P. Kulisc modificierten Kjeldahl'schen Methode bestimmt.

Die Kulisch'sche Methode ist für die Bestimmung d Stickstoffs im Weine, im Moste und in der Hefe a wendbar.

---

*) Zeitschr. f. analyt. Chemie, 25, 149.

## IX. Bestimmung der Gerb- und Farbstoffe.

Nach Neubauer-Löwenthal.*)

Das Princip und die Durchführung der Gerbstoff-Bestimmung soll bei der Untersuchung der Gerbmaterialien besprochen werden.

Hier sei nur erwähnt, dass man in einer gemessenen Menge entgeisteten Weines alle enthaltenen, durch Chamäleonlösung oxydierbaren Substanzen einschliesslich des Gerb- und Farbstoffes bestimmt; darnach eine gleiche Menge entgeisteten Weines mit Thierkohle gut durchschüttelt und nach einiger Zeit filtriert. Die Thierkohle hält den Gerb- und Farbstoff des Weines zurück. In dem Filtrate werden abermals die durch Chamäleon oxydablen Substanzen festgestellt.

Die Differenz beider Bestimmungen ergibt den Chamäleonverbrauch für die in dem Weine enthaltene Menge Gerb- und Farbstoffe.

## X. Bestimmung des Dextrins und des Gummi.

Durch Alkoholzusatz entsteht im reinen Weine nur eine geringe Trübung; ist in demselben Gummi oder Dextrin enthalten, so bildet sich ein zäher, klumpiger Niederschlag. In diesem Falle werden circa 100 *g* Wein bis auf einige $cm^3$ eingedampft und unter Zusatz 96procentigen Alkohols so lange umgerührt, als noch ein Niederschlag entsteht. Der nach zwei Stunden abfiltrierte Niederschlag wird nach dem Lösen in 30 $cm^3$ Wasser entweder im Druckfläschchen oder in einer zugeschmolzenen Röhre mit 0·5 $cm^3$ Salzsäure (spec. Gew. 1·1) in einem Paraffinbade durch 4 Stunden bei 110° C. erhitzt. Nach dem Erkalten wird die Flüssigkeit neutralisiert und der gebildete Zucker, wie bereits bekannt, bestimmt und auf Gummi oder Dextrin umgerechnet.

## XI. Bestimmung der schwefeligen Säure.

Nach B. Haas.**)

Diese Bestimmung setzt voraus, dass im Weine nicht Schwefelwasserstoff enthalten ist. Das Princip dieser Methode besteht darin, dass die schwefelige Säure im Kohlensäurestrome destilliert und in überschüssige Jodlösung (59 Jod und 7·5 Jodkalium werden in Wasser zu einem Liter gelöst) geleitet wird. Die Jodlösung, die sich in einer Peligot'schen Röhre befindet,

*) Annalen der Önologie, Bd. II., S. 1.
**) Berichte der deutschen chem. Gesellschaft zu Berlin, 15, 155.

wirkt auf die schwefelige Säure oxydierend ein und bildet Schwefelsäure, die mittelst Chlorbaryum gefällt und bestimmt wird. Ohne Anwendung eines Kohlensäurestromes fallen nach Borgmann und Haas die Resultate etwas niedriger aus, als in einer Kohlensäure-Atmosphäre.

## XII. Bestimmung des Extract- und Säurequotienten. (Sonstige Relationen.)

Zum Schlusse sollen diese beiden Verhältniszahlen, welche von Pohl*) in Vorschlag gebracht wurden, erörtert werden, umsomehr, als sie thatsächlich von praktischem Belange sind.

Unter dem Extractquotienten ($q$) versteht man jene Zahl, die erhalten wird, wenn man den Alkoholgehalt ($A$) durch den Extractgehalt ($E$) dividiert: $q = \frac{A}{E}$.

Diese Relation kann dazu dienen, einen Schluss auf die sogenannte „Schwere" der Weine zu ziehen.

Als Grenze schlägt Pohl $q = 4{\cdot}0$ vor, so dass Weine, bei welchen $q > 4$, zu den „leichten Weinen" gehören, während Weine, bei denen $q < 4$ ausfällt, zu den „schweren" gezählt werden müssen.

Säurequotient ($q_1$) ist Quotient aus Alkoholgehalt ($A$) durch die gesammte Säuremenge ($S$) des Weines, als wasserfreie Weinsäure ausgedrückt:

$$q_1 = \frac{A}{S}.$$

Sehr interessante Beschlüsse wurden von der Versammlung österreichischer Önochemiker in Bozen 1886 gefasst; von der Aufstellung von Maximal- und Minimalzahlen für den Gehalt an einzelnen Bestandtheilen jedoch Umgang genommen und nur eine gewisse Berücksichtigung dieser Zahlen bei der Begutachtung empfohlen.

Von der k. k. chemisch-physiologischen Versuchsstation für Wein- und Obstbau in Klosterneuburg bei Wien wurde eine sehr belehrende Zusammenstellung anlässlich der in Aussicht genommenen Berathung österreichischer, ungarischer, italienischer und schweizerischer Delegierter der Önochemie über die Beurtheilung der Weine auf ihre Echtheit mit Rücksicht auf deren Verzollung abgefasst.**)

*) Untersuchung österr. Weine, S. 101.
**) Weinlaube 1889.

# F. Analyse weinsäurehältiger Materialien (Weinhefen, Weinstein etc.).

Die directen Methoden zur Bestimmung der Total-Weinsäure in Hefen und Weinsteinen lassen sich in zwei Gruppen theilen: erstens in solche, bei welchen die Säure als saures Kaliumsalz, und zweitens in solche, bei denen sie als neutrales Calciumsalz gefällt wird.

## I. Bestimmung der Total-Weinsäure.

### 1. Nach A. Borntráger.*)

Die Oxalsäuremethode Warington's**) und Grosjean***) ist in folgender Weise zweckmässig auf Hefen, Weinsteine etc. anzuwenden:

Man wiegt zur Voranalyse 7·5 *g* Hefe oder 3·75 *g* Weinstein grob ab. Von weinsauren Kalken kann man je nach deren Reinheitsgrad 3·75 bis 7·5 *g* anwenden. 3·75 *g* reines weinsaures Calcium ($+ 4\, H_2\, O$) enthalten 2·1638 *g*; 7·5 *g* eines Präparates mit 92·20 Procent Reingehalt 3·9894 *g*, die gleiche Menge eines solchen mit 16 Procent Reingehalt 1·2 *g* Weinsäure. Diese Angaben über den Weinsäuregehalt gelten nach Bornträger und Warington nur für solche Präparate von weinsaurem Kalk, welche bei einer 60° C. nicht weit übersteigenden Temperatur getrocknet worden sind. Bei Analysen von Sablons sind die ihren Weinsäuregehalten entsprechenden Mengen von Substanzen anzuwenden, analog wie beim weinsauren Kalke.

Die zur Analyse angewendeten Mustermengen dürfen etwa 1·2 bis 4·0 *g* Weinsäure enthalten; die abgewogene, fein gepulverte oder gemahlene Substanz wird mit circa 30 $cm^3$ Wasser in der Hitze durchweicht und wenn hiebei Kohlensäure entweichen sollte, so lange weiter erhitzt, bis die Gasentwicklung aufhört. Darauf wird die Masse neutralisiert, je nach Umständen, mit Kalilauge oder Salzsäure, doch so, dass sie schwach sauer ist, und führt dann die Bestimmung der zur Zersetzung nöthigen Menge an oxalsaurem Kalium aus, indem man erforderlichenfalls, nämlich dann, wenn das Oxalat die

*) Zeitschr. f. analyt. Chemie, 25, 327, u. 26, 699.
**) Journ. of the Chem. Society, 28, 25.
***) Zeitschr. f. analyt. Chemie, 19, 375.

Reaction alkalisch werden lässt, die schwach saure Reaction wieder herstellt.

Um die Menge an oxalsaurem Kalium festzustellen, kann man nach Bornträger, ohne Chlorkaliumlösung von bekanntem Gehalte anwenden zu müssen, folgendermassen verfahren: Zur obigen fast neutralisierten Masse setzt man 1·5 *g* oxalsaures Kalium hinzu und erhitzt 10 Minuten lang im siedenden Wasserbade. Sodann prüft man das verdünnte und mit Essigsäure versetzte Filtrat in der Hitze auf Oxalsäure.

Ist solche nicht vorhanden, so setzt man abermals 1·5 *g* Oxalat hinzu, erhitzt vom neuen und so fort, bis ein Überschuss an Oxalsäure vorhanden ist, der sich bei weiterem vierstündigen Erhitzen behaupten, beziehungsweise neu hervorgerufen wird. Bei dieser annähernden Bestimmungsweise werden die abfiltrierten Niederschläge immer wieder zur Hauptmenge zurückgegeben. Da ein Überschuss von Oxalat bis zu 3 *g* unter keinen Umständen etwas schadet, so wendet man bei der Weinsäure-Bestimmung selbst, ausser der in der angegebenen Weise bei dem Vorversuche verbrauchten Menge an jenem Salze, noch 1·5 *g* mehr an.

Zur eigentlichen Analyse wendet man wieder die obigen, jetzt aber genau abgewogenen Substanzmengen an, welche im siedenden Wasserbade mit ungefähr 30 $cm^3$ Wasser bis zum völligen Entweichen etwa auftretender Kohlensäure erhitzt werden. Hierauf behandelt man die Masse mit der durch den Vorversuch als erforderlich erkannten Maximalmenge an oxalsaurem Kalium und nebst einem Überschusse von 1·5 *g* $^1/_4$ Stunde lang, neutralisiert die Masse je nach Erfordernis mit Kalilauge oder Salzsäure unter wiederholtem Erhitzen, doch so, dass dieselbe deutlich sauer bleibt.

Es wird $^3/_4$ Stunden unter häufigem Umrühren weiter erhitzt, dann nahezu vollständig neutralisiert, in der Hitze mit Hilfe des Casamajor'schen *) Vacuumfilters filtriert. Hierauf wird mit heissem Wasser gewaschen, bis sich keine Oxalsäurereaction mehr zeigt.

Das Filtrat sammt dem Waschwasser dampft man unter Zusatz von 5 *g* Chlorkalium auf etwa 50, resp. 55 $cm^3$ ein und setzt nach dem Erkalten 8 *g* Citronensäure in 50procentiger Solution oder in Krystallen hinzu. Entweder wird jetzt 10 Minuten gerührt und nach $^1/_2$ Stunde filtriert, oder man rührt nur wenige Minuten und lässt über Nacht stehen.

---

*) Chem. News, 32, 48; Bornträger, Ber. d. deutschen chem. Gesellsch. zu Berlin 1886, 918.

Den Bitartratniederschlag wäscht man so lange auf dem Vacuumfilter mit einer mit Bitartrat gesättigten 10procentigen Chlorkaliumlösung, bis die Waschflüssigkeit mit Essigsäure und essigsaurem Calcium keine Oxalsäurereaction mehr zeigt, und titriert ihn in der Siedehitze mit Normal-Kalilauge.

Zur Vermeidung einer langsamen Filtration ist es angezeigt, den grössten Theil der Flüssigkeit in ein anderes Gefäss abzugiessen, mit dem Reste derselben die Fällung aufs Filter zu spülen und dann erst die Hauptmenge der Flüssigkeit zu filtrieren.

Die zum Waschen verwendete mit Bitartrat gesättigte Chlorkaliumlösung stellt Bornträger*) folgend dar: Etwa 5 *g* gepulvertes Bitartrat werden mit 250 *g* kaltem Wasser mehrere Stunden unter wiederholtem Schütteln behandelt, sodann 25 oder 50 *g* Chlorkalium zugesetzt, öfters geschüttelt, über Nacht stehen gelassen und filtriert; es ist angezeigt, die Waschflüssigkeit für jede Versuchsreihe frisch zu bereiten.

## 2. Modificierte Goldenberg'sche Methode.

Von F. Gantter.**)

Die Goldenberg'sche***) Methode, von Weigert †) abgeändert, wird sehr häufig dort durchgeführt, wo es sich zum Zwecke der Controle in Weinsäurefabriken um eine rasche Ermittlung der gesammten Weinsäure handelt.

Gantter schlägt nachfolgende, unter gewissen Bedingungen einzuhaltende Goldenberg-Weigert'sche Methode vor:

Bestimmung der Gesammt-Weinsäure:

### *a) In Rohweinsteinen, Hefen und in rohem weinsauren Kalke.*

10 *g* der Probe werden mit 60—80 $cm^3$ der Lösung von kohlensaurem Kali (100 *g* $K_2CO_3$ in 1 *l*) in einem Erlenmeyer'schen Kolben $1^1/_2$ Stunden im Wasserbade digeriert und dann 15 Minuten auf freiem Feuer gekocht, der Inhalt in einen 200 $cm^3$-Kolben gebracht und nach dem Erkalten bis zur Marke aufgefüllt. Die Lösung wird durch ein trockenes Faltenfilter filtriert und von dem Filtrate 100 $cm^3$ = 5 *g* der abgewogenen Substanz in einer Schale auf 10—20 $cm^3$ eingedampft, durch vorsichtigen Zusatz von 5 $cm^3$ Eisessig

*) Zeitschr. f. analyt. Chemie, 25, 338.
**) Zeitschr. f. analyt. Chemie, 26, 714.
***) Zeitschr. f. analyt. Chemie, 22, 270.
†) Zeitschr. f. analyt. Chemie, 23, 359.

unter Umrühren zersetzt und dann wird die Schale 15 Minuten auf dem Wasserbade erwärmt. In die Schale werden hierauf 100 $cm^3$ Alkohol (90%) unter fortwährendem Umrühren gebracht, der entstandene Niederschlag von saurem weinsaurem Kali durch dreimaligen Zusatz der gleichen Menge Alkohol und Abgiessen in der Schale selbst ausgewaschen, mit 90procentigem Alkohol auf ein Filter gespritzt und hier noch so lange nachgewaschen, bis 10 $cm^3$ des Filtrates nach Verdünnung mit der doppelten Menge Wasser nur 1 Tropfen Normallauge zur Neutralisation brauchen. Hierauf wird das Filter mit einem Glasstabe durchstochen und der Niederschlag mit siedendem Wasser in ein Becherglas gespült und darin mit Normallauge titriert.

*b) In Heferückständen, Gyps, Pressrückständen mit 0·5—2% Weinsäuregehalt.*

30 *g* lufttrockene Substanz werden in einer Schale zuerst mit soviel Wasser aufgekocht, dass eine dünne Flüssigkeit entsteht, dann wird nach Zusatz von 50 $cm^3$ kohlensaurem Kali eine halbe Stunde auf freiem Feuer gekocht und der Inhalt der Schale in einem hohen graduierten Cylinder auf 1 *l* gebracht und hierin 10—12 Stunden absitzen gelassen. Nach dieser Zeit wird die Hälfte der klaren Flüssigkeit unter Berücksichtigung des Volumens des Niederschlages abgehoben, eingedampft und weiter wie oben behandelt.

### 3. Modificierte Goldenberg'sche Methode.

Von N. v. Lorenz.*)

15 *g* Weinstein oder Weinhefe (7·5 *g* weinsaurer Kalk) werden in möglichst zerkleinertem Zustande mit 250 $cm^3$ (resp. 150 $cm^3$) Wasser und 6 *g* trockenem Kaliumcarbonat (eventuell 12 *g*, da die Flüssigkeit alkalisch reagieren muss) in einer Porzellanschale von mindestens 700 $cm^3$ Inhalt unter Umrühren über freiem Feuer 20 Minuten hindurch bei Ersatz des verdampfenden Wassers gekocht. Nach dem Abkühlen wird der ganze Schaleninhalt in einen Kolben von 500 $cm^3$ (respective 250 $cm^3$) Inhalt gespült und zur Marke aufgefüllt. Nach dem Durchschütteln wird durch ein trockenes Faltenfilter in ein trockenes Glas filtriert; dann werden 100 $cm^3$ des Filtrates

*) Zeitschrift für analyt. Chemie, 27, 8, und Chemiker-Zeitung 1889, 43, 693.

in einer Porzellanschale von oben genanntem Inhalte über dem Wasserbade so weit verdampft, dass in der Wärme eben noch keine Salzabscheidung erfolgt (5—8 $cm^3$); der noch warme Schaleninhalt wird mit 5 $cm^3$ Eisessig versetzt, bis zum völligen Entweichen der Kohlensäure verrührt, nach 5 Min. mit 100 $cm^3$ absoluten Alkohols versetzt und etwa 2 Min. lang tüchtig durchgerührt. Nach einer Viertelstunde wird — am besten über der Saugpumpe — durch ein Filter von 50 $cm^3$ Inhalt filtriert. Nun wird die Schale so lange mit absolutem Alkohol rasch abgespritzt, bis das Filter durch den Ablauf voll geworden, — wobei also etwa 50 $cm^3$ Alkohol verbraucht werden; dann werden am Filterrande noch zweimal je 25 $cm^3$ Alkohol aufgespritzt und jedesmal gut abtropfen gelassen. Das Filter sammt Inhalt wird nun in die Fällungsschale zurückgebracht, mit etwa 200 $cm^3$ Wasser übergossen, zum Sieden erhitzt und in folgender Weise mit $\frac{3}{10}$ — Normalnatronlauge titriert. Man versetzt die heisse Flüssigkeit mit neutraler Lackmustinctur und lässt so lange Lauge zufliessen, bis deren helles Roth entschieden dunkelroth geworden, kocht dann etwa 5 Minuten lang auf und titriert weiter, bis der Flüssigkeitsrand den Stich ins Violette vollständig verloren hat und matt blau geworden ist.

### 4. Methode von V. Olivieri.*)

#### Bestimmung der Weinsäure in Weinhefen.

Es wird bei dieser Methode von folgenden Voraussetzungen ausgegangen:

1. Die Weinsäure ist in der Hefe in Form von saurem weinsaurem Kali und von neutralem weinsaurem Kalk vorhanden,
2. aller Kalk ist in der Weinhefe nur in Form von Tartrat und Sulfat vorhanden,
3. alle Schwefelsäure in der Weinhefe ist an Kalk gebunden.

Bestimmt man daher einerseits die Schwefelsäure und andererseits den Kalk in der Hefe, so lässt sich die Menge des vorhandenen weinsauren Kalkes berechnen. Fällt man sodann, nachdem die Schwefelsäure ausgeschieden ist, durch Zusatz von Chlorcalcium in ammoniakalischer Lösung alle Weinsäure als Kalksalz aus und bestimmt dessen Kalkgehalt durch Wägung als Sulfat, so ergibt sich die Gesammtmenge

*) Zeitschrift f. analyt. Chemie, 26, 648.

der Weinsäure und aus dieser nach Abzug der an Kalk gebundenen Menge der Gehalt der Hefe an saurem weinsaurem Kali.

Zur Ausführung digeriert man 10 *g* der fein gepulverten, bei 100° C. getrockneten Hefe mit 30 $cm^3$ Wasser und 5 $cm^3$ concentrierter Salzsäure 24 Stunden lang, filtriert, wäscht mit angesäuertem Wasser aus und bestimmt in der Lösung die Schwefelsäure durch Titration mit Chlorbariumlösung (ein Überschuss von Chlorbarium ist zu vermeiden). Die vom schwefelsauren Baryt abfiltrierte Flüssigkeit theilt man in zwei Theile, macht den einen schwach ammoniakalisch und fällt mit oxalsaurem Ammon den Kalk aus. Die andere Hälfte der vom schwefelsauren Baryt abfiltrierten Flüssigkeit wird mit Natronlauge fast neutralisiert, mit Ammon schwach alkalisch gemacht und mit Chlorcalciumlösung versetzt. Nach 6 bis 12 Stunden filtriert man ab, trocknet bei 100° C. und führt das Tartrat in Sulfat über.

Hat sich das Kalktartrat an die Gefässwände angelegt, so löst man es nochmals auf und fällt es von neuem.

Da der weinsaure Kalk in Wasser etwas löslich ist, so muss man die Menge des Filtrates und Waschwassers messen und für je 1 $cm^3$ der Menge des gewogenen, aus dem weinsauren Kalk erhaltenen schwefelsauren Kalkes 0·00016 *g* addieren.

Handelt es sich um genaue Angaben, so wird man die erste oder dritte Methode, will man zur Controle des Betriebes aber etwas rascher arbeiten, dann wird man die Goldenberg'sche Vorschrift in Anwendung bringen, und will man sich nur beiläufig über die Mengenverhältnisse der einzelnen weinsauren Salze einer Weinhefe orientieren, dann ist die letzte Methode durchzuführen.

## II. Bestimmung der Verunreinigungen.

Sand, Thon, Schwefel, Holzstückchen, Hefetheilchen kommen als Verunreinigung der weinsäurehältigen Materialien vor und werden sodann wie folgt bestimmt: Eine gewogene Menge Substanz wird mit Wasser, dem etwas Salzsäure zugesetzt wurde, ausgekocht, der Rückstand wird auf ein gewogenes Filter gebracht und mit heissem Wasser so lange gewaschen, als noch von etwas in Lösung geht. Der hierauf getrocknete Rückstand wird gewogen, eventuell unter dem Mikroskope geprüft. Beim Einäschern des Filtrationsrückstandes bleibt Sand und Thon zurück. Der Schwefel gibt sich beim Verbrennen am Geruche zu erkennen.

### III. Bestimmung des Wassergehaltes.

Durch Trocknen einer gewogenen Substanzmenge bei 60 bis 80° C. ist das Wasser zu ermitteln; ein eventueller Zusatz von Alkohol befördert das Austrocknen.

---

## G. Bier-Analyse.

Die Bier-Analyse erstreckt sich auf folgende Bestimmungen:

### I. Bestimmung der Kohlensäure.

Diese Bestimmung kann nach Pohl*) im Will-Fresenius-Apparate durchgeführt werden, wobei man das Austreiben der Kohlensäure durch Kochsalz und gelinde Erwärmung bewirkt. 50—60 *g* Bier werden in den Kolben *A* (*Fig. 19*) gebracht, in welchen eine kleine Eprouvette (*E*), mit Kochsalz gefüllt, an einem Faden oder an einem dünnen Platindraht so hineingehängt wird, dass das Kochsalz vom Biere nicht erreicht wird; in dem Kolben *B* befindet sich concentrierte Schwefelsäure, durch welche die Kohlensäure zu ihrer Trocknung streichen muss.

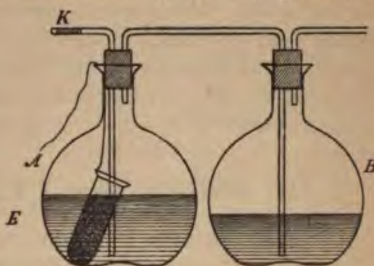


*Fig. 19.*

Nach der Zusammenstellung wird der Apparat gewogen.

Hierauf lässt man die mit Kochsalz gefüllte Eprouvette langsam hinabgleiten, das sich lösende Kochsalz treibt die Kohlensäure aus; zum Schlusse schüttelt und erwärmt man etwas den Kolben *A*; der Kolben *B* hingegen wird gekühlt.

Nach dem Abkühlen wird die Kappe *K* abgenommen und zur Verdrängung der Kohlensäure Luft durch den Apparat gesaugt, und endlich wird derselbe gewogen. Die Gewichtsabnahme gibt das Gewicht der Kohlensäure.

Wird die Kohlensäure durch Kochen ausgetrieben, so kann man dieselbe in ammoniakalische Chlorbariumlösung leiten und das gebildete Bariumcarbonat wägen; das Gewicht

---

*) Wiener Akademie-Ber. 1850, Bd. II.

desselben mit 0·2233 multipliciert gibt die in 100 $cm^3$ enthalten gewesene Kohlensäure.

Sehr genaue Resultate werden erhalten, wenn man nach Schwackhöfer*) die Kohlensäure mit Benützung eines Rückflusskühlers austreibt und in einen Liebig'schen Kaliapparat leitet; die Gewichtszunahme des Apparates zeigt das Gewicht der Kohlensäure des Bieres.

## II. Bestimmung der Säure.

Man bestimmt beim Biere wie beim Weine sowohl die gesammten als auch flüchtigen Säuren.

Die Hauptmenge der in gesundem Biere enthaltenen Säure ist Milchsäure, daher auch die Gesammtsäuremenge in Procenten Milchsäure ausgedrückt wird. Wurde der Maischprocess bei der Bierbereitung zu lange durchgeführt, so kann sich mehr Milchsäure als gewöhnlich bilden, da der gelöste Kleber ein kräftiges Ferment zur Bildung von Säure abgibt. Beim Lagern der Biere bildet sich immer etwas Essig; in verdorbenem Biere steigert sich dessen Menge.

Die flüchtigen Säuren, die, wie beim Weine, durch Destillation mit Wasserdampf zu ermitteln sind, drückt man in Essigsäure aus.

## III. Bestimmung des Extractes und der Asche.

Diese beiden Bestimmungen werden wie beim Weine durchgeführt; das $n$ der saccharometrischen Bierprobe gibt indirect den Extractgehalt an.

## IV. Bestimmung des Alkohols.

### *a) Durch die Destillationsprobe.*

Diese Bestimmung wird genau so wie beim Weine ausgeführt, nur muss man das Bier vor dem Einfüllen in das Destilliergefäss von der Hauptmasse der Kohlensäure durch Schütteln befreien, weil sonst ein starkes Schäumen eintritt, das man übrigens auch durch Hinzufügen von etwas Tannin verringern kann.

---

*) Österr. Organ des Centralvereines für Rübenzucker-Industrie 1875, S. 398.

### b) *Saccharometrische Probe.*

Die saccharometrische Probe gestattet nicht nur den Alkohol- und Extractgehalt des fertigen Bieres, ferner dessen Vergährungsgrad sehr rasch und ziemlich genau zu finden, sondern auch auf die Concentration der ursprünglichen Würze einen Schluss zu ziehen. Diese von Balling ausgearbeitete Methode, die er in unvollkommener Art als specifische Methode in England kennen lernte, wird zur Controle sowohl bei dem Betriebe als auch von den Finanzorganen verwendet. Zum Verständnisse des Verfahrens, der Terminologie und der Tabelle, welche die berechneten Alkoholfactoren enthält, sollen hier in möglichster Kürze die Grundzüge der Balling'schen Methode, die auf der Annahme fusst, dass Zuckersäfte und Malzextracte von gleichem Gehalte an festen Substanzen bei gleicher Temperatur gleiche specifische Gewichte besitzen, angeführt werden.

### Theorie.*)

1. Der Gehalt an Malzextract in frischer unvergohrener Bierwürze, durch das Saccharometer oder aus dem specifischen Gewichte bestimmt, heisst $p$.

Bei der Gährung vermindert sich das specifische Gewicht, weil Malzextract zersetzt wird, stickstoffhältige Substanzen (Hefe) sich ausscheiden, und an die Stelle des ersteren Alkohol und Kohlensäure treten; beide specifisch leichter als Wasser. Um diese Verminderung des specifischen Gewichtes, die Attenuation, zu erkennen, filtriert man, wenn nöthig, die gährende oder vergohrene Würze möglichst schnell, entfernt durch Schütteln die Kohlensäure und bestimmt die Saccharometer-Angabe.

Die Saccharometer-Anzeige des entkohlensäuerten Bieres heisst $m$.

Sie entspricht natürlich keinem wirklichen Gehalte, sondern ist bloss Anzeige einer bestimmten Dichte. Die Differenz beider Saccharometer-Anzeigen $p - m$ heisst demnach die scheinbare Attenuation, ausgedrückt in Saccharometer-Procenten. Es ist aber möglich, einen Factor $a$ durch eine Reihe von Versuchen finden zu können, welcher, mit obiger Differenz multipliciert, den Alkoholgehalt gibt; es ist also Alkohol $A = (p - m)\, a$. Zur Ermittlung dieses Factors $a$ hat Balling zahl-

*) Vogel, Die Bieruntersuchung, S. 31.

reiche Destillationsproben ausgeführt und gefunden, dass derselbe mit der Concentration der Würze in inniger Beziehung steht: für Bierwürzen von 6—30 Procenten Extract steigt derselbe von 0·4063 bis 0·4580.

Die Kenntnis dieses Factors gibt dem Bierbrauer ein Mittel an die Hand, in den späteren Gährungsstadien und nach der Hauptgährung die Menge des bereits gebildeten Alkohols ziemlich genau zu erkennen.

2. Die Saccharometer-Anzeige der Bierwürze ist wie oben $= p$.

Die Saccharometer-Anzeige des durch Kochen vom Alkohol befreiten und mit Wasser wieder auf sein ursprüngliches Gewicht verdünnten Bieres heisst $n$. Die Differenz der beiden Angaben $p - n$ heisst die wirkliche Attenuation, d. h. sie zeigt an, wie viel Malzextract durch die Gährung bereits zerlegt wurde. Auch hier lässt sich ein Factor $b$ denken, welcher, mit der wirklichen Attenuation $(p - n)$ multipliciert, ebenfalls den Alkoholgehalt des Bieres gibt.

$$\text{Alkohol } A = (p - n)\, b.$$

3. Die Differenz der scheinbaren Attenuation $(p - m)$ und der wirklichen Attenuation $(p - n)$, die „Attenuations-Differenz," heisst $d$. Es ist also:

$$(p - m) - (p - n) = d$$
$$d = n - m.$$

Diese Differenz ist somit nach der vereinfachten Gleichung auch in jedem fertigen Biere leicht zu ermitteln, sie ist von dem Extractgehalte der Würze, den man beim fertigen Biere nicht immer kennt, unabhängig. Man findet demnach diese Attenuations-Differenz, wenn man von der Saccharometer-Anzeige des gekochten Bieres $(n)$ die Saccharometer-Angabe des frischen, entkohlensäuerten Bieres $(m)$ subtrahiert.

Es lässt sich nun wieder ein Factor $c$ finden, welcher, mit der Attenuations-Differenz multipliciert, den Alkohol des Bieres gibt:

$$\text{Alkohol } A = (n - m)\, c.$$

Die möglichst genaue Bestimmung dieses Alkoholfactors ist für die saccharometrische Bierprobe von grösster Wichtigkeit; in seinem genauen Zahlenwerte und in der möglichst genauen Angabe von $n - m$, der Attenuations-Differenz, liegt der Schwerpunkt der Methode.

Der Zahlenwert von $c$ ist je nach der Concentration der Würze und nach dem Gährungszustande verschieden; er wechselt für Würzen von 6—30 %, von 2·2096 bis 2·2902.

Da aber bei Untersuchung fertiger Biere der Extractgehalt der Würzen, aus denen sie gebraut wurden, unbekannt ist, also zur Auswahl der richtigen Zahlenwerte für den Factor $c$ jedesmal der Anhaltspunkt fehlt, so ist man genöthigt, den Mittelwert dieser Zahlen zu nehmen, wodurch man den Alkoholgehalt annähernd bestimmt.

Der Factor $c$ kann im Mittel zu 2·24 angenommen werden. Für die annähernde Bestimmung genügt es vollkommen.

Die genaue Bestimmung des Alkoholgehaltes wird später angegeben werden.

4. Ist die Gährung bereits so weit vorgeschritten, dass die Attenuations-Differenz sich der Einheit nähert, so erhält man, wenn man die scheinbare Attenuation $(p - m)$ durch die wirkliche Attenuation $(p - n)$ dividiert, eine Zahl als Quotient, welche für den weiteren Verlauf der Gährung ziemlich constant bleibt, aber je nach der ursprünglichen Concentration der Würze wechselt. Die Zahl, der Attenuations-Quotient, heisst $q$, und ist also:

$$q = \frac{p - m}{p - n}.$$

Von der Genauigkeit der Zahlenwerte dieses Attenuations-Quotienten hängt die Möglichkeit ab, die besprochene annähernde Bestimmung des Alkoholgehaltes zur völligen Genauigkeit zu erheben.

Mit Hilfe dieser Zahlenwerte gelingt es nun, einen Schluss auf den wahren Malzextract der Würze zu ziehen, nachdem man zuerst durch folgende Betrachtungen den annähernden Malzextract gefunden hat.

5. Genaue Versuche Balling's haben nachgewiesen, dass 100 Gewichtstheile Malzextract bei der Gährung:

| | |
|---|---|
| Alkohol | 48·391 % |
| Kohlensäure | 46·286 % |
| Hefe | 5·323 % |

liefern.

Aus diesen Daten ergibt sich, dass der Alkoholgehalt ungefähr halb so gross ist, als das Gewicht desjenigen Theiles Malzextract, der durch die Gährung in obige Producte zersetzt wurde.

Den Alkoholgehalt des Bieres findet man aber bereits nach 3., indem man für den Alkoholfactor $c$ den angegebenen Mittelwert nimmt:

$$\text{Alkohol } A = (n - m)\, 2{\cdot}24.$$

Verdoppelt man diesen gefundenen Alkoholgehalt, so erhält man jene Menge Malzextract, aus der dieser Alkohol nebst Kohlensäure und Hefe entstand; addiert man hiezu den noch im Biere befindlichen Extractgehalt $n$, so erfährt man annäherungsweise den Malzextractgehalt der ursprünglichen Würze in Gewichtsprocenten.

Ist also in dieser Weise $p$, d. h. die ursprüngliche Concentration der Würze annähernd bestimmt, so sucht man in der Tabelle Nr. XXVIII. den ihr entsprechenden Attenuations-Quotienten $q$ und führt seinen Wert in die bei 4. erwähnte Gleichung ein:

$$q = \frac{p - m}{p - n},$$

und findet:

$$p = \frac{nq - m}{q - 1}$$

$$p = \frac{n - m}{q - 1} + n.$$

Auf diese Art findet man die wahre ursprüngliche Concentration der Würze, den ursprünglichen Malzextract und dann aus dem wahren Werte $p$ auch den wahren Alkoholgehalt des Bieres durch die bei 2. gefundene Gleichung:

$$\text{Alkohol } A = (p - n)\, b,$$

wobei der Alkoholfactor $b$ in der Tabelle für die gefundene wahre Concentration $p$ der Würze aufzusuchen ist.

Was von der Summe der gefundenen Extract- und Alkoholprocente noch bis 100 fehlt, ist das Lösungsmittel „Wasser“.

### Praktische Ausführung.

1. Ungefähr 200 $cm^3$ Bier werden in einer geräumigen Glasflasche unter öfterem Lüften des Korkes zur Entfernung der Kohlensäure geschüttelt.

2. Man bestimmt sodann die Saccharometer-Anzeige des entkohlensäuerten Bieres indirect aus dem specifischen Gewichte nach der Balling'schen Tabelle (Tabelle Nr. XXVII.). Die Saccharometer-Anzeige heisst $m$.

3. Von dem entkohlensäuerten Biere wird eine bestimmte Quantität, etwa 150 $g$, genau in einem Becherglase abgewogen und bis auf $^1/_3$ Volumen abgedampft. Bevor noch abgekühlt ist,

setzt man etwas Wasser zu; nach erfolgter Abkühlung bringt man das Becherglas sammt dem gekochten Biere auf die Wage und setzt mittelst einer Pipette so lange destilliertes Wasser zu, bis das ursprüngliche Gewicht des Bieres genau wieder hergestellt ist. Durch Umrühren mit einem Glasstabe sucht man eine gleichmässige Mengung des gekochten Bieres zu erreichen.

Sollten sich viele Flocken ausgeschieden haben, so ist die trübe Flüssigkeit zu filtrieren.

Von diesem alkoholfreien Biere wird nun die Saccharometer-Anzeige $n$ bestimmt. Zwei Beispiele sollen ein klares Bild dieser Probe geben:

### 1. Verfahren.

Es wurde genau nach obiger allgemeinen Anweisung gearbeitet, wobei man folgende Daten erhielt:

*a)* Entkohlensäuertes Bier, specifisches Gewicht bei 17·5° C. = 1·0195,

*b)* gekochtes Bier, specifisches Gewicht = 1·0261.

Diesen specifischen Gewichten entsprechen in der Reductionstafel (Tabelle Nr. XXVII.):

*a)* Specifisches Gewicht 1·0195 = 4·875 = $m$,
*b)* Specifisches Gewicht 1·0261 = 6·512 = $n$.

Letztere Zahl gibt den Extractgehalt des Bieres:

Extract = 6·512 Procente.

Der Alkohol ($A$) ergibt sich annähernd wie folgt:

$$A = (n - m)\ 2{\cdot}24$$
$$A = (6{\cdot}512 - 4{\cdot}875)\ 2{\cdot}24$$
$$= 1{\cdot}637 \times 2{\cdot}24$$
$$= 3{\cdot}667$$
$$\text{Alkohol} = 3{\cdot}667\ \%.$$

Daraus ergibt sich annähernd die Concentration der Würze:

$$\begin{array}{r} 2 \times \text{Alkohol} = \phantom{1}7{\cdot}334 \\ \text{Extract} = \phantom{1}6{\cdot}512 \\ \hline \text{Würzextract} = 13{\cdot}846\ \%. \end{array}$$

Einem Würzextract von ungefähr 14 % aber entspricht in der Tabelle XXVIII. als Attenuations-Quotient: $q$ = 1·234.

Die wahre Concentration der Würze $p$ ergibt sich aus folgender Gleichung:

$$p = \frac{n\,q - m}{q - 1} = \frac{n - m}{q - 1} + n$$

$$p = \frac{1{\cdot}637}{0{\cdot}234} + 6{\cdot}512$$

Würzextract $(p)$; $p = 13{\cdot}508\ \%$.

Mittelst dieses Wertes findet man sodann als wahren Alkoholgehalt $(A)$:

$$A = (p - n)\, b$$
$$A = (13{\cdot}508 - 6{\cdot}512)\ 0{\cdot}5202$$
$$= 6{\cdot}996 \times 0{\cdot}5202$$

Alkohol $= 3{\cdot}639\ \%$.

2. Verfahren.

Man kann auch genau so vorgehen, wie bei der Balling'schen Weinprobe gezeigt wurde, indem man als angenäherten Wert für $q$ im Mittel 1·24 annimmt:

$$q \doteq 1{\cdot}24.$$

Saccharometer-Anzeigen:

1. Entkohlensäuertes Bier $m = 3{\cdot}25$,
2. gekochtes Bier $n = 4{\cdot}75$.

Aus letzterer Zahl ergibt sich unmittelbar der Extractgehalt des Bieres zu 4·75%

$$A = n - m = 1{\cdot}5.$$

Mit Benützung nachfolgender Gleichung

$$p = \frac{nq - m}{q - 1} = \frac{n - m}{q - 1} + n$$

und des angenäherten Wertes von $q \doteq 1{\cdot}24$ lässt sich annähernd der Würzextract, aus welchem das Bier bereitet wurde, berechnen:

$$p \doteq \frac{1{\cdot}5}{0{\cdot}24} + 4{\cdot}75 \doteq 6{\cdot}25 + 4{\cdot}75$$
$$\doteq 10{\cdot}8$$

Würzextract $\doteq 10{\cdot}8\%$.

Für diesen annähernden Würzextractgehalt von 10·8 % wird nun der wahre Attenuations-Quotient $q$ in der Tabelle XXVIII. mit $q = 1{\cdot}231$ gefunden.

Führt man die Rechnung abermals mit Benützung derselben Gleichung und des wahren Wertes von $q$ durch, so erhält man den wahren Würzextractgehalt:

$$p = \frac{1{\cdot}5}{0{\cdot}231} + 4{\cdot}75$$

$$= 6{\cdot}49 + 4{\cdot}75$$

$$= 11{\cdot}24$$

Würzextract ($p$); $p = 11{\cdot}24$ %.

Diesem Extractgehalte entspricht in der Tabelle ein wahrer Wert von $c = 2{\cdot}2215$.

Mit diesem Werte von $c$ kann man aus der Gleichung $A = (n - m)\, c$ den wahren Alkoholgehalt in Gewichts-Procenten finden:

$$A = 1{\cdot}5 \times 2{\cdot}2215$$

$$= 3{\cdot}33$$

Alkokol = 3·33 %.

Nach der Wolfbauer'schen Formel, die mit Zugrundelegung der von Pasteur angegebenen Zahlen berechnet wurde, kann die ursprüngliche Würzeconcentration wie folgt gefunden werden:

$$p = \frac{2{\cdot}0776\, A + E}{1 + 0{\cdot}0107\, A}.$$

Wenn nach dieser Formel gerechnet wird, fällt der Wert für $p$ meist um 0·1—0·2 % höher als nach Balling aus.

## Tabelle Nr. XXVII.

### Reductions-Tabelle der specifischen Gewichte au[f] Saccharometer-Procente bei 17·5° C. = 14° R.

(Nach Balling.)

Specifisches Gewicht = *s*,
diesem entsprechende Saccharometer-Anzeige = *p*.

| *s* | *p* | *s* | *p* | *s* | *p* |
|---|---|---|---|---|---|
| 1·0000 | 0·000 | 1·0030 | 0·750 | 1·0060 | 1·500 |
| 1·0001 | 0·025 | 1·0031 | 0·775 | 1·0061 | 1·525 |
| 1·0002 | 0·050 | 1·0032 | 0·800 | 1·0062 | 1·550 |
| 1·0003 | 0·075 | 1·0033 | 0·825 | 1·0063 | 1·575 |
| 1·0004 | 0·100 | 1·0034 | 0·850 | 1·0064 | 1·600 |
| 1·0005 | 0·125 | 1·0035 | 0·875 | 1·0065 | 1·625 |
| 1·0006 | 0·150 | 1·0036 | 0·900 | 1·0066 | 1·650 |
| 1·0007 | 0·175 | 1·0037 | 0·925 | 1·0067 | 1·675 |
| 1·0008 | 0·200 | 1·0038 | 0·950 | 1·0068 | 1·700 |
| 1·0009 | 0·225 | 1·0039 | 0·975 | 1·0069 | 1·725 |
| 1·0010 | 0·250 | 1·0040 | 1·000 | 1·0070 | 1·750 |
| 1·0011 | 0·275 | 1·0041 | 1·025 | 1·0071 | 1·775 |
| 1·0012 | 0·300 | 1·0042 | 1·050 | 1·0072 | 1·800 |
| 1·0013 | 0·325 | 1·0043 | 1·075 | 1·0073 | 1·825 |
| 1·0014 | 0·350 | 1·0044 | 1·100 | 1·0074 | 1·850 |
| 1·0015 | 0·375 | 1·0045 | 1·125 | 1·0075 | 1·875 |
| 1·0016 | 0·400 | 1·0046 | 1·150 | 1·0076 | 1·900 |
| 1·0017 | 0·425 | 1·0047 | 1·175 | 1·0077 | 1·925 |
| 1·0018 | 0·450 | 1·0048 | 1·200 | 1·0078 | 1·950 |
| 1·0019 | 0·475 | 1·0049 | 1·225 | 1·0079 | 1·975 |
| 1·0020 | 0·500 | 1·0050 | 1·250 | 1·0080 | 2·000 |
| 1·0021 | 0·525 | 1·0051 | 1·275 | 1·0081 | 2·025 |
| 1·0022 | 0·550 | 1·0052 | 1·300 | 1·0082 | 2·050 |
| 1·0023 | 0·575 | 1·0053 | 1·325 | 1·0083 | 2·075 |
| 1·0024 | 0·600 | 1·0054 | 1·350 | 1·0084 | 2·100 |
| 1·0025 | 0·625 | 1·0055 | 1·375 | 1·0085 | 2·125 |
| 1·0026 | 0·650 | 1·0056 | 1·400 | 1·0086 | 2·150 |
| 1·0027 | 0·675 | 1·0057 | 1·425 | 1·0087 | 2·175 |
| 1·0028 | 0·700 | 1·0058 | 1·450 | 1·0088 | 2·200 |
| 1·0029 | 0·725 | 1·0059 | 1·475 | 1·0089 | 2·225 |

| s | p | s | p | s | p |
|---|---|---|---|---|---|
| 1·0090 | 2·250 | 1·0128 | 3·200 | 1·0166 | 4·150 |
| 1·0091 | 2·275 | 1·0129 | 3·225 | 1·0167 | 4·175 |
| 1·0092 | 2·300 | 1·0130 | 3·250 | 1·0168 | 4·200 |
| 1·0093 | 2·325 | 1·0131 | 3·275 | 1·0169 | 4·225 |
| 1·0094 | 2·350 | 1·0132 | 3·300 | 1·0170 | 4·250 |
| 1·0095 | 2·375 | 1·0133 | 3·325 | 1·0171 | 4·275 |
| 1·0096 | 2·400 | 1·0134 | 3·350 | 1·0172 | 4·300 |
| 1·0097 | 2·425 | 1·0135 | 3·375 | 1·0173 | 4·325 |
| 1·0098 | 2·450 | 1·0136 | 3·400 | 1·0174 | 4·350 |
| 1·0099 | 2·475 | 1·0137 | 3·425 | 1·0175 | 4·375 |
| 1·0100 | 2·500 | 1·0138 | 3·450 | 1·0176 | 4·400 |
| 1·0101 | 2·525 | 1·0139 | 3·475 | 1·0177 | 4·425 |
| 1·0102 | 2·550 | 1·0140 | 3·500 | 1·0178 | 4·450 |
| 1·0103 | 2·575 | 1·0141 | 3·525 | 1·0179 | 4·475 |
| 1·0104 | 2·600 | 1·0142 | 3·550 | 1·0180 | 4·500 |
| 1·0105 | 2·625 | 1·0143 | 3·575 | 1·0181 | 4·525 |
| 1·0106 | 2·650 | 1·0144 | 3·600 | 1·0182 | 4·550 |
| 1·0107 | 2·675 | 1·0145 | 3·625 | 1·0183 | 4·575 |
| 1·0108 | 2·700 | 1·0146 | 3·650 | 1·0184 | 4·600 |
| 1·0109 | 2·725 | 1·0147 | 3·675 | 1·0185 | 4·625 |
| 1·0110 | 2·750 | 1·0148 | 3·700 | 1·0186 | 4·650 |
| 1·0111 | 2·775 | 1·0149 | 3·725 | 1·0187 | 4·675 |
| 1·0112 | 2·800 | 1·0150 | 3·750 | 1·0188 | 4·700 |
| 1·0113 | 2·825 | 1·0151 | 3·775 | 1·0189 | 4·725 |
| 1·0114 | 2·850 | 1·0152 | 3·800 | 1·0190 | 4·750 |
| 1·0115 | 2·875 | 1·0153 | 3·825 | 1·0191 | 4·775 |
| 1·0116 | 2·900 | 1·0154 | 3·850 | 1·0192 | 4·800 |
| 1·0117 | 2·925 | 1·0155 | 3·875 | 1·0193 | 4·825 |
| 1·0118 | 2·950 | 1·0156 | 3·900 | 1·0194 | 4·850 |
| 1·0119 | 2·975 | 1·0157 | 3·925 | 1·0195 | 4·875 |
| 1·0120 | 3·000 | 1·0158 | 3·950 | 1·0196 | 4·900 |
| 1·0121 | 3·025 | 1·0159 | 3·975 | 1·0197 | 4·925 |
| 1·0122 | 3·050 | 1·0160 | 4·000 | 1·0198 | 4·950 |
| 1·0123 | 3·075 | 1·0161 | 4·025 | 1·0199 | 4·975 |
| 1·0124 | 3·100 | 1·0162 | 4·050 | 1·0200 | 5·000 |
| 1·0125 | 3·125 | 1·0163 | 4·075 | 1·0201 | 5·025 |
| 1·0126 | 3·150 | 1·0164 | 4·100 | 1·0202 | 5·050 |
| 1·0127 | 3·175 | 1·0165 | 4·125 | 1·0203 | 5·075 |

| s | p | s | p | s | p |
|---|---|---|---|---|---|
| 1·0204 | 5·100 | 1·0242 | 6·048 | 1·0280 | 6·975 |
| 1·0205 | 5·125 | 1·0243 | 6·073 | 1·0281 | 7·000 |
| 1·0206 | 5·150 | 1·0244 | 6·097 | 1·0282 | 7·024 |
| 1·0207 | 5·175 | 1·0245 | 6·122 | 1·0283 | 7·048 |
| 1·0208 | 5·200 | 1·0246 | 6·146 | 1·0284 | 7·073 |
| 1·0209 | 5·225 | 1·0247 | 6·170 | 1·0285 | 7·097 |
| 1·0210 | 5·250 | 1·0248 | 6·195 | 1·0286 | 7·122 |
| 1·0211 | 5·275 | 1·0249 | 6·219 | 1·0287 | 7·146 |
| 1·0212 | 5·300 | 1·0250 | 6·244 | 1·0288 | 7·170 |
| 1·0213 | 5·325 | 1·0251 | 6·268 | 1·0289 | 7·195 |
| 1·0214 | 5·350 | 1·0252 | 6·292 | 1·0290 | 7·219 |
| 1·0215 | 5·375 | 1·0253 | 6·316 | 1·0291 | 7·244 |
| 1·0216 | 5·400 | 1·0254 | 6·341 | 1·0292 | 7·268 |
| 1·0217 | 5·425 | 1·0255 | 6·365 | 1·0293 | 7·292 |
| 1·0218 | 5·450 | 1·0256 | 6·389 | 1·0294 | 7·316 |
| 1·0219 | 5·475 | 1·0257 | 6·413 | 1·0295 | 7·341 |
| 1·0220 | 5·500 | 1·0258 | 6·438 | 1·0296 | 7·365 |
| 1·0221 | 5·525 | 1·0259 | 6·463 | 1·0297 | 7·389 |
| 1·0222 | 5·550 | 1·0260 | 6·488 | 1·0298 | 7·413 |
| 1·0223 | 5·575 | 1·0261 | 6·512 | 1·0299 | 7·438 |
| 1·0224 | 5·600 | 1·0262 | 6·536 | 1·0300 | 7·463 |
| 1·0225 | 5·625 | 1·0263 | 6·560 | 1·0301 | 7·488 |
| 1·0226 | 5·650 | 1·0264 | 6·584 | 1·0302 | 7·512 |
| 1·0227 | 5·675 | 1·0265 | 6·609 | 1·0303 | 7·536 |
| 1·0228 | 5·700 | 1·0266 | 6·633 | 1·0304 | 7·560 |
| 1·0229 | 5·725 | 1·0267 | 6·657 | 1·0305 | 7·584 |
| 1·0230 | 5·750 | 1·0268 | 6·681 | 1·0306 | 7·609 |
| 1·0231 | 5·775 | 1·0269 | 6·701 | 1·0307 | 7·633 |
| 1·0232 | 5·800 | 1·0270 | 6·731 | 1·0308 | 7·657 |
| 1·0233 | 5·825 | 1·0271 | 6·756 | 1·0309 | 7·681 |
| 1·0234 | 5·850 | 1·0272 | 6·780 | 1·0310 | 7·706 |
| 1·0235 | 5·875 | 1·0273 | 6·804 | 1·0311 | 7·731 |
| 1·0236 | 5·900 | 1·0274 | 6·828 | 1·0312 | 7·756 |
| 1·0237 | 5·925 | 1·0275 | 6·853 | 1·0313 | 7·780 |
| 1·0238 | 5·950 | 1·0276 | 6·877 | 1·0314 | 7·804 |
| 1·0239 | 5·975 | 1·0277 | 6·901 | 1·0315 | 7·828 |
| 1·0240 | 6·000 | 1·0278 | 6·925 | 1·0316 | 7·853 |
| 1·0241 | 6·024 | 1·0279 | 6·950 | 1·0317 | 7·877 |

| s | p | s | p | s | p |
|---|---|---|---|---|---|
| 1·0318 | 7·901 | 1·0356 | 8·828 | 1·0394 | 9·756 |
| 1·0319 | 7·925 | 1·0357 | 8·853 | 1·0395 | 9·780 |
| 1·0320 | 7·950 | 1·0358 | 8·877 | 1·0396 | 9·804 |
| 1·0321 | 7·975 | 1·0359 | 8·901 | 1·0397 | 9·828 |
| 1·0322 | 8·000 | 1·0360 | 8·925 | 1·0398 | 9·853 |
| 1·0323 | 8·024 | 1·0361 | 8·950 | 1·0399 | 9·877 |
| 1·0324 | 8·048 | 1·0362 | 8·975 | 1·0400 | 9·901 |
| 1·0325 | 8·073 | 1·0363 | 9·000 | 1·0401 | 9·925 |
| 1·0326 | 8·097 | 1·0364 | 9·024 | 1·0402 | 9·950 |
| 1·0327 | 8·122 | 1·0365 | 9·048 | 1·0403 | 9·975 |
| 1·0328 | 8·146 | 1·0366 | 9·073 | 1·0404 | 10·000 |
| 1·0329 | 8·170 | 1·0367 | 9·097 | 1·0405 | 10·023 |
| 1·0330 | 8·195 | 1·0368 | 9·122 | 1·0406 | 10·047 |
| 1·0331 | 8·219 | 1·0369 | 9·146 | 1·0407 | 10·071 |
| 1·0332 | 8·244 | 1·0370 | 9·170 | 1·0408 | 10·095 |
| 1·0333 | 8·268 | 1·0371 | 9·195 | 1·0409 | 10·119 |
| 1·0334 | 8·292 | 1·0372 | 9·219 | 1·0410 | 10·142 |
| 1·0335 | 8·316 | 1·0373 | 9·244 | 1·0411 | 10·166 |
| 1·0336 | 8·341 | 1·0374 | 9·268 | 1·0412 | 10·190 |
| 1·0337 | 8·365 | 1·0375 | 9·292 | 1·0413 | 10·214 |
| 1·0338 | 8·389 | 1·0376 | 9·316 | 1·0414 | 10·238 |
| 1·0339 | 8·413 | 1·0377 | 9·341 | 1·0415 | 10·261 |
| 1·0340 | 8·438 | 1·0378 | 9·365 | 1·0416 | 10·285 |
| 1·0341 | 8·463 | 1·0379 | 9·389 | 1·0417 | 10·309 |
| 1·0342 | 8·488 | 1·0380 | 9·413 | 1·0418 | 10·333 |
| 1·0343 | 8·512 | 1·0381 | 9·438 | 1·0419 | 10 357 |
| 1·0344 | 8·536 | 1·0382 | 9·463 | 1·0420 | 10·381 |
| 1·0345 | 8·560 | 1·0383 | 9·488 | 1·0421 | 10·404 |
| 1·0346 | 8·584 | 1·0384 | 9·512 | 1·0422 | 10·428 |
| 1·0347 | 8·609 | 1·0385 | 9·536 | 1·0423 | 10·452 |
| 1·0348 | 8·633 | 1·0386 | 9·560 | 1·0424 | 10·476 |
| 1·0349 | 8·657 | 1·0387 | 9·584 | 1·0425 | 10·500 |
| 1·0350 | 8·681 | 1·0388 | 9·609 | 1·0426 | 10·523 |
| 1·0351 | 8·706 | 1·0389 | 9·633 | 1·0427 | 10·547 |
| 1·0352 | 8·713 | 1·0390 | 9·657 | 1·0428 | 10·571 |
| 1·0353 | 8·756 | 1·0391 | 9·681 | 1·0429 | 10·595 |
| 1·0354 | 8·780 | 1·0392 | 9·706 | 1·0430 | 10·619 |
| 1·0355 | 8·804 | 1·0393 | 9·731 | 1·0431 | 10·642 |

| *s* | *p* | *s* | *p* | *s* | *p* |
|---|---|---|---|---|---|
| 1·0432 | 10·666 | 1·0470 | 11·571 | 1·0508 | 12·476 |
| 1·0433 | 10·690 | 1·0471 | 11·595 | 1·0509 | 12·500 |
| 1·0434 | 10·714 | 1·0472 | 11·619 | 1·0510 | 12·523 |
| 1·0435 | 10·738 | 1·0473 | 11·642 | 1·0511 | 12·547 |
| 1·0436 | 10·761 | 1·0474 | 11·666 | 1·0512 | 12·571 |
| 1·0437 | 10·785 | 1·0475 | 11·690 | 1.0513 | 12·595 |
| 1·0438 | 10·809 | 1·0476 | 11·714 | 1·0514 | 12·619 |
| 1·0439 | 10·833 | 1·0477 | 11·738 | 1·0515 | 12·642 |
| 1·0440 | 10·857 | 1·0478 | 11·761 | 1·0516 | 12·666 |
| 1·0441 | 10·881 | 1·0479 | 11·785 | 1·0517 | 12·690 |
| 1·0442 | 10·904 | 1·0480 | 11·809 | 1·0518 | 12·714 |
| 1·0443 | 10·928 | 1·0481 | 11·833 | 1·0519 | 12·738 |
| 1·0444 | 10·952 | 1·0482 | 11·857 | 1·0520 | 12·761 |
| 1·0445 | 10·976 | 1·0483 | 11·881 | 1·0521 | 12·785 |
| 1·0446 | 11·000 | 1·0484 | 11·904 | 1·0522 | 12·809 |
| 1·0447 | 11·023 | 1·0485 | 11·928 | 1·0523 | 12·833 |
| 1·0448 | 11·047 | 1·0486 | 11·952 | 1·0524 | 12·857 |
| 1·0449 | 11·081 | 1·0487 | 11·976 | 1·0525 | 12·881 |
| 1·0450 | 11·095 | 1·0488 | 12·000 | 1·0526 | 12·904 |
| 1·0451 | 11·119 | 1·0489 | 12·023 | 1·0527 | 12·928 |
| 1·0452 | 11·142 | 1·0490 | 12·047 | 1·0528 | 12·952 |
| 1·0453 | 11·166 | 1·0491 | 12·071 | 1·0529 | 12·976 |
| 1·0454 | 11·190 | 1·0492 | 12·095 | 1·0530 | 13·000 |
| 1·0455 | 11·214 | 1·0493 | 12·119 | 1·0531 | 13·023 |
| 1·0456 | 11·238 | 1·0494 | 12·142 | 1·0532 | 13·047 |
| 1·0457 | 11·261 | 1·0495 | 12·166 | 1·0533 | 13·071 |
| 1·0458 | 11·285 | 1·0496 | 12·190 | 1·0534 | 13·095 |
| 1·0459 | 11·309 | 1·0497 | 12·214 | 1·0535 | 13·119 |
| 1·0460 | 11·333 | 1·0498 | 12·238 | 1·0536 | 13·142 |
| 1·0461 | 11·357 | 1·0499 | 12·261 | 1·0537 | 13·166 |
| 1·0462 | 11·381 | 1·0500 | 12·285 | 1·0538 | 13·190 |
| 1·0463 | 11·404 | 1·0501 | 12·309 | 1·0539 | 13·214 |
| 1·0464 | 11·428 | 1·0502 | 12·333 | 1·0540 | 13·238 |
| 1·0465 | 11·452 | 1·0503 | 12·357 | 1·0541 | 13·261 |
| 1·0466 | 11·476 | 1·0504 | 12·381 | 1·0542 | 13·285 |
| 1·0467 | 11·500 | 1·0505 | 12·404 | 1·0543 | 13·309 |
| 1·0468 | 11·523 | 1·0506 | 12·428 | 1·0544 | 13·333 |
| 1·0469 | 11·547 | 1·0507 | 12·452 | 1·0545 | 13·357 |

| s | p | s | p | s | p |
|---|---|---|---|---|---|
| 1·0546 | 13·381 | 1·0584 | 14·285 | 1·0622 | 15·186 |
| 1·0547 | 13·404 | 1·0585 | 14·309 | 1·0623 | 15·209 |
| 1·0548 | 13·428 | 1·0586 | 14·333 | 1·0624 | 15·232 |
| 1·0549 | 13·452 | 1·0587 | 14·357 | 1·0625 | 15·255 |
| 1·0550 | 13·476 | 1·0588 | 14·381 | 1·0626 | 15·278 |
| 1·0551 | 13·500 | 1·0589 | 14·404 | 1·0627 | 15·302 |
| 1·0552 | 13·523 | 1·0590 | 14·428 | 1·0628 | 15·325 |
| 1·0553 | 13·547 | 1·0591 | 14·452 | 1·0629 | 15·348 |
| 1·0554 | 13·571 | 1·0592 | 14·476 | 1·0630 | 15·371 |
| 1·0555 | 13·595 | 1·0593 | 14·500 | 1·0631 | 15·395 |
| 1·0556 | 13·619 | 1·0594 | 14·523 | 1·0632 | 15·418 |
| 1·0557 | 13·642 | 1·0595 | 14·547 | 1·0633 | 15·441 |
| 1·0558 | 13·666 | 1·0596 | 14·571 | 1·0634 | 15·464 |
| 1·0559 | 13·690 | 1·0597 | 14·595 | 1·0635 | 15·488 |
| 1·0560 | 13·714 | 1·0598 | 14·619 | 1·0636 | 15·511 |
| 1·0561 | 13·738 | 1·0599 | 14·642 | 1·0637 | 15·534 |
| 1·0562 | 13·761 | 1·0600 | 14·666 | 1·0638 | 15·557 |
| 1·0563 | 13·785 | 1·0601 | 14·690 | 1·0639 | 15·581 |
| 1·0564 | 13·809 | 1·0602 | 14·714 | 1·0640 | 15·604 |
| 1·0565 | 13·833 | 1·0603 | 14·738 | 1·0641 | 15·627 |
| 1·0566 | 13·857 | 1·0604 | 14·761 | 1·0642 | 15·650 |
| 1·0567 | 13·881 | 1·0605 | 14·785 | 1·0643 | 15·674 |
| 1·0568 | 13·904 | 1·0606 | 14·809 | 1·0644 | 15·697 |
| 1·0569 | 13·928 | 1·0607 | 14·833 | 1·0645 | 15·721 |
| 1·0570 | 13·952 | 1·0608 | 14·857 | 1·0646 | 15·744 |
| 1·0571 | 13·976 | 1·0609 | 14·881 | 1·0647 | 15·767 |
| 1·0572 | 14·000 | 1·0610 | 14·904 | 1·0648 | 15·790 |
| 1·0573 | 14·023 | 1·0611 | 14·928 | 1·0649 | 15·814 |
| 1·0574 | 14·047 | 1·0612 | 14·952 | 1·0650 | 15·837 |
| 1·0575 | 14·071 | 1·0613 | 14·976 | 1·0651 | 15·860 |
| 1·0576 | 14·095 | 1·0614 | 15·000 | 1·0652 | 15·883 |
| 1·0577 | 14·119 | 1·0615 | 15·023 | 1·0653 | 15·907 |
| 1·0578 | 14·142 | 1·0616 | 15·046 | 1·0654 | 15·930 |
| 1·0579 | 14·166 | 1·0617 | 15·070 | 1·0655 | 15·953 |
| 1·0580 | 14·190 | 1·0618 | 15·093 | 1·0656 | 15·976 |
| 1·0581 | 14·214 | 1·0619 | 15·116 | 1·0657 | 16·000 |
| 1·0582 | 14·238 | 1·0620 | 15·139 | 1·0658 | 16·023 |
| 1·0583 | 14·261 | 1·0621 | 15·162 | 1·0659 | 16·046 |

| s | p | s | p | s | p |
|---|---|---|---|---|---|
| 1·0660 | 16·070 | 1·0681 | 16·557 | 1·0702 | 17·045 |
| 1·0661 | 16·093 | 1·0682 | 16·581 | 1·0703 | 17·067 |
| 1·0662 | 16·116 | 1·0683 | 16·604 | 1·0704 | 17·090 |
| 1·0663 | 16·139 | 1·0684 | 16·627 | 1·0705 | 17·113 |
| 1·0664 | 16·162 | 1·0685 | 16·650 | 1·0706 | 17·136 |
| 1·0665 | 16·186 | 1·0686 | 16·674 | 1·0707 | 17·158 |
| 1·0666 | 16·209 | 1·0687 | 16·697 | 1·0708 | 17·181 |
| 1·0667 | 16·232 | 1·0688 | 16·721 | 1·0709 | 17·204 |
| 1·0668 | 16·255 | 1·0689 | 16·744 | 1·0710 | 17·227 |
| 1·0669 | 16·278 | 1·0690 | 16·767 | 1·0711 | 17·250 |
| 1·0670 | 16·302 | 1·0691 | 16·790 | 1·0712 | 17·272 |
| 1·0671 | 16·325 | 1.0692 | 16·814 | 1·0713 | 17·295 |
| 1·0672 | 16·348 | 1·0693 | 16·837 | 1·0714 | 17·318 |
| 1·0673 | 16·371 | 1·0694 | 16·860 | 1·0715 | 17·340 |
| 1·0674 | 16·395 | 1·0695 | 16·883 | 1·0716 | 17·363 |
| 1·0675 | 16·418 | 1·0696 | 16·907 | 1·0717 | 17·386 |
| 1·0676 | 16·441 | 1·0697 | 16·930 | 1·0718 | 17·409 |
| 1·0677 | 16·464 | 1·0698 | 16·953 | 1·0719 | 17·431 |
| 1·0678 | 16·480 | 1·0699 | 16·976 | 1·0720 | 17·454 |
| 1·0679 | 16·511 | 1·0700 | 17·000 | | |
| 1·0680 | 16·534 | 1·0701 | 17·022 | | |

## Tabelle Nr. XXVIII.

| Ursprüngliche Concentration der Würze in Saccharometer-Procenten | Alkoholfactoren für die | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | scheinbare Attenuation | wirkliche Attenuation | Attenua-tions-Differenz | Attenua-tions-Quotient | Wert von $\frac{c}{b}$ |
| $p$ | $a$ | $b$ | $c$ | $q$ | |
| 6 | 0·4063 | 0·4993 | 2·2096 | 1·226 | 4·4247 |
| 7 | 0·4091 | 0·5020 | 2·2116 | 1·227 | 4·4052 |
| 8 | 0·4110 | 0·5047 | 2·2137 | 1·228 | 4·3859 |
| 9 | 0·4129 | 0·5074 | 2·2160 | 1·229 | 4·3668 |
| 10 | 0·4148 | 0·5102 | 2·2181 | 1·230 | 4·3478 |
| 11 | 0·4167 | 0·5130 | 2·2209 | 1·231 | 4·3289 |
| 12 | 0·4187 | 0·5158 | 2·2234 | 1·232 | 4·3103 |

| Ursprüngliche Concentration der Würze in Saccharometer-Procenten | Alkoholfactoren für die | | | Attenuations-Quotient | Wert von $\frac{c}{b}$ |
|---|---|---|---|---|---|
| | scheinbare Attenuation | wirkliche Attenuation | Attenuations-Differenz | | |
| *p* | *a* | *b* | *c* | *q* | |
| 13 | 0·4206 | 0·5189 | 2·2262 | 1·233 | 4·2918 |
| 14 | 0·4226 | 0·5215 | 2·2290 | 1·234 | 4·2734 |
| 15 | 0·4246 | 0·5245 | 2·2319 | 1·235 | 4·2553 |
| 16 | 0·4267 | 0·5274 | 2·2350 | 1·236 | 4·2372 |
| 17 | 0·4288 | 0·5304 | 2·2381 | 1·237 | 4·2194 |
| 18 | 0·4309 | 0·5334 | 2·2314 | 1·238 | 4·2016 |
| 19 | 0·4330 | 0·5365 | 2·2448 | 1·239 | 4·1840 |
| 20 | 0·4351 | 0·5396 | 2·2583 | 1·240 | 4·1666 |
| 21 | 0·4373 | 0·5427 | 2·2519 | 1·241 | 4·1493 |
| 22 | 0·4395 | 0·5458 | 2·2557 | 1·242 | 4·1322 |
| 23 | 0·4417 | 0·5490 | 2·2695 | 1·243 | 4·1152 |
| 24 | 0·4439 | 0·5523 | 2·2636 | 1·244 | 4·0983 |
| 25 | 0·4462 | 0·5555 | 2·2677 | 1·245 | 4·0816 |
| 26 | 0·4485 | 0·5589 | 2·2719 | 1·246 | 4·0650 |
| 27 | 0·4508 | 0·5622 | 2·2803 | 1·247 | 4·0485 |
| 28 | 0·4532 | 0·5656 | 2·2808 | 1·248 | 4·0322 |
| 29 | 0·4556 | 0·5690 | 2·2954 | 1·249 | 4·0160 |
| 30 | 0·4580 | 0·5725 | 2·2902 | 1·250 | 4·0000 |

### *c) Optische Probe.*

(Von Steinheil.*)

Diese expeditive und geistreiche Methode gibt genaue Resultate, hat sich jedoch in der Praxis keinen Eingang zu verschaffen vermocht, da der zu derselben erforderliche Apparat einerseits zu kostspielig ist, andererseits sehr sorgfältig behandelt werden muss; ferner gehen auch die dem Apparate beigegebenen Schubtafeln sehr bald zugrunde.

Die Probe beruht auf dem verschiedenen Lichtbrechungsvermögen der Flüssigkeiten.

Wollte man die Eigenschaft des Brechungsvermögens direct zur Messung der brechenden Quantität anwenden, so würde der Lichtstrahl nicht nur abgelenkt, sondern auch in Farben zerlegt werden, was eine scharfe Bestimmung der Ab-

*) Vogel, Bieruntersuchung, S. 45.

lenkung verhindern würde. Ferner hat die Temperatur einen sehr grossen Einfluss auf die Ablenkung und muss also sorgfältig berücksichtigt werden.

Diese Übelstände beseitigte Steinheil in seinem Apparate durch Anbringung zweier Prismen. Der zur Aufnahme der Flüssigkeiten dienende Raum wird durch ein unter 30° gegen die Seitenflächen geneigtes Planglas in zwei gleiche Räume getheilt.

So lange sich in beiden Prismen dieselbe Flüssigkeit befindet, compensiert ein Prisma das andere in Brechung, Farbenzerstreuung und Temperatur-Einfluss. Das Gefäss wirkt wie ein dickes Planglas. Sind jedoch die beiden Prismen mit verschieden brechenden Flüssigkeiten gefüllt, z. B. eines mit Wasser, das andere mit Bier, so tritt eine Ablenkung ein, jedoch weder so bedeutend, dass die Farbenzerstreuung der Einstellung hinderlich ist, noch von der Temperatur alteriert wird. Beide Flüssigkeiten müssen jedoch dieselbe Temperatur besitzen.

## Praktische Ausführung.

1. Ist das Instrument für destilliertes Wasser in beiden Prismen auf 0 eingestellt, so kann das Wasser in jenem Prisma, welches den Metallflächen zunächst liegt, für viele Versuche darin bleiben; dieses Prisma wird zu dem Zwecke nach der Füllung mit Wasser mit dem Schraubendeckel fest verschlossen.

2. Das andere offene Prisma füllt man mittelst einer Pipette mit dem zu untersuchenden Biere, wobei man vermeiden muss, durch Übergiessen das Instrument an den äussern Gläsern und an der Schraube zu verunreinigen.

3. Man stellt das gefüllte Instrument einige Zeit in Ruhe, damit die Temperatur-Differenzen sich völlig ausgleichen können und benützt diese Zeit zur Bestimmung des specifischen Gewichtes.

Man findet z. B. das specifische Gewicht = 1·019.

4. Das Instrument wird nun in horizontaler Richtung vor das Auge geführt, und man findet natürlich den Metallfaden abgelenkt. Mit der freien Hand dreht man sodann den Kopf der Mikrometerschraube, bis der Metallfaden das Fadenkreuz durch gleiche untere Lichtwinkel halbiert; ist dies geschehen, so liest man an der Eintheilung ab, wie weit man gedreht hat und notiert diese Angabe:

„Optische Zahl.“

Benützt man die nachfolgende Tabelle (Tabelle Nr. XXIX.), so kann man aus den beiden gefundenen Zahlenwerten, z. B.

specifisches Gewicht = 1·019
und optische Zahl = 82

*a*) den Extractgehalt und *b*) den Alkoholgehalt des Bieres finden.

*a*) Der Zahl 82 entspricht in der Verticalreihe I — 10·4
dem specif. Gewichte 1·019 in der Verticalreihe III — 3·5
Extractprocente = 6·9

*b*) der Zahl 82 entspricht in der Verticalreihe II — 24·5
dem specif. Gewichte 1·019 in der Verticalreihe IV — 20·3
Alkoholprocente = 4·2

Um dem Praktiker auch diese kleine Rechnung zu ersparen, wurden eigene Schubtafeln angelegt, aus welchen man mit Benützung des specifischen Gewichtes und der optischen Zahl sowohl den Alkohol- und Extractgehalt als auch den Vergährungsgrad des Bieres ohne Rechnung finden kann.

## Tabelle Nr. XXIX.

| Optische Zahl | I. | II. | Specif. Gewicht bei 19° C. | III. | IV. |
|---|---|---|---|---|---|
| 30 | 7·6 | 18·0 | 0·995 | 6·5 | 13·1 |
| 32 | 7·7 | 18·3 | 0·996 | 6·4 | 13·4 |
| 34 | 7·8 | 18·5 | 0·997 | 6·2 | 13·7 |
| 36 | 7·9 | 18·8 | 0·998 | 6·1 | 14·1 |
| 38 | 8·0 | 19·0 | 0·999 | 6·0 | 14·3 |
| 40 | 8·2 | 19·3 | 1·000 | 5·9 | 14·6 |
| 42 | 8·3 | 19·5 | 1·001 | 5·8 | 14·9 |
| 44 | 8·4 | 19·8 | 1·002 | 5·6 | 15·2 |
| 46 | 8·5 | 20·0 | 1·003 | 5·5 | 15·5 |
| 48 | 8·6 | 20·3 | 1·004 | 5·4 | 15·8 |
| 50 | 8·7 | 20·5 | 1·005 | 5·3 | 16·1 |
| 52 | 8·8 | 20·8 | 1·006 | 5·1 | 16·4 |
| 54 | 8·9 | 21·0 | 1·007 | 5·0 | 16·7 |
| 56 | 9·0 | 21·3 | 1·008 | 4·9 | 17·0 |
| 58 | 9·1 | 21·5 | 1·009 | 4·7 | 17·3 |
| 60 | 9·3 | 21·8 | 1·010 | 4·6 | 17·6 |
| 62 | 9·4 | 22·0 | 1·011 | 4·5 | 17·9 |

| Optische Zahl | I. | II. | Specif. Gewicht bei 19° C. | III. | IV. |
|---|---|---|---|---|---|
| 64 | 9·5 | 22·3 | 1·012 | 4·4 | 18·2 |
| 66 | 9·6 | 22·5 | 1·013 | 4·2 | 18·5 |
| 68 | 9·7 | 22·8 | 1·014 | 4·1 | 18·8 |
| 70 | 9·8 | 23·0 | 1·015 | 4·0 | 19·1 |
| 72 | 9·9 | 23·3 | 1·016 | 3·9 | 19·4 |
| 74 | 10·0 | 23·5 | 1·017 | 3·7 | 19·7 |
| 76 | 10·1 | 23·8 | 1·018 | 3·6 | 20·0 |
| 78 | 10·2 | 24·0 | 1·019 | 3·5 | 20·3 |
| 80 | 10·3 | 24·3 | 1·020 | 3·4 | 20·6 |
| 82 | 10·4 | 24·5 | 1·021 | 3·2 | 20·9 |
| 84 | 10·5 | 24·8 | 1·022 | 3·1 | 21·2 |
| 86 | 10·7 | 25·0 | 1·023 | 3·0 | 21·5 |
| 88 | 10·8 | 25·3 | 1·024 | 2·9 | 21·8 |
| 90 | 10·9 | 25·5 | 1·025 | 2·7 | 22·1 |
| 92 | 11·0 | 25·8 | 1·026 | 2·6 | 22·4 |
| 94 | 11·1 | 26·0 | 1·027 | 2·5 | 22·7 |
| 96 | 11·2 | 26·3 | 1·028 | 2·4 | 23·0 |
| 98 | 11·3 | 26·5 | 1·029 | 2·2 | 23·3 |
| 100 | 11·4 | 26·8 | 1·030 | 2·1 | 23·6 |
| 102 | 11·5 | 27·0 | 1·032 | 2·0 | 23·8 |
| 104 | 11·6 | 27·3 | 1·033 | 1·9 | 24·1 |
| 106 | 11·7 | 27·5 | 1·034 | 1·7 | 24·4 |
| 108 | 11·8 | 27·8 | 1·035 | 1·6 | 24·7 |
| 110 | 12·0 | 28·0 | 1·036 | 1·5 | 25·0 |
| 112 | 12·1 | 28·3 | 1·037 | 1·4 | 25·3 |
| 114 | 12·2 | 28·5 | 1·038 | 1·2 | 25·6 |
| 116 | 12·3 | 28·8 | 1·039 | 1·1 | 25·9 |
| 118 | 12·4 | 29·0 | 1·041 | 1·0 | 26·2 |
| 120 | 12·5 | 29·4 | 1·042 | 0·9 | 26·5 |
| | | | 1.043 | 0·7 | 26·8 |
| | | | 1·044 | 0·6 | 27·1 |
| | | | 1·045 | 0·5 | 27·4 |
| | | | 1·046 | 0·4 | 27·7 |
| | | | 1·047 | 0·2 | 28·0 |
| | | | 1·048 | 0·1 | 28·3 |
| | | | 1·049 | 0·0 | 28·6 |

## V. Bestimmung des Glycerins.

Nach Clausnitzer.

50 *g* Bier werden auf dem Wasserbade in einer Schale erwärmt, nach dem Entweichen der Kohlensäure mit 2—3 *g* gelöschten Kalk versetzt, bis zur Syrupconsistenz eingedampft und nach Zugabe von ca. 5 *g* gepulverten Marmor unter Umrühren getrocknet. Der Inhalt der Schale wird nach dem Zerreiben einer Extraction mit 96proc. Alkohol unterworfen. Der alkoholische Auszug wird nach dem Erkalten mit ca. 25 $cm^3$ Äther versetzt; von dem nach einstündigem Stehen gebildeten Niederschlage wird in ein gewogenes Fläschchen abfiltriert und der Rückstand mit Alkoholäther gewaschen.

Der von Alkohol und Äther durch Erwärmung auf dem Wasserbade befreite Rückstand wird bei 105° C. so lange getrocknet, bis die Gewichtsabnahme höchstens 1 *mg* beträgt. Man kann dieses gewogene Rohglycerin noch einäschern und das Gewicht der Asche in Abrechnung bringen.

Das Glycerin im Biere lässt sich auch genau so wie bei Süssweinen bestimmen.

## VI. Bestimmung des Zuckers und des Dextrins.

Die Zucker-Bestimmung ist, wie bei der Untersuchung des Malzes besprochen wurde, durchzuführen.

Die Dextrin-Bestimmung wird auf indirecte Weise vorgenommen: 5—10 *g* Bier werden zur Austreibung des Alkohols und der Kohlensäure bis auf ca. 20 $cm^3$ eingeengt, hierauf durch Hinzufügen von Wasser verdünnt. Diese Flüssigkeit wird unter Zusatz von 1·5 $cm^3$ Schwefelsäure (214 *g* conc. Schwefelsäure im Liter) in ein Lintner'sches Druckfläschchen gebracht und dasselbe 5—6 Stunden in einem Paraffinbade auf 110° C. erhitzt.

Diese Operation kann auch in einer starkwandigen zugeschmolzenen Röhre geschehen.

Hierbei wird das Dextrin in Zucker übergeführt; der jetzt bestimmte Zucker, verringert um den Zuckergehalt des nicht mit Säure gekochten Bieres, entspricht dem im Biere enthaltenen Dextrin. Über die Berechnung siehe: Dextrin- und Malzuntersuchung.

## VII. Bestimmung des Stickstoff- und Eiweiss-Gehaltes.

Diese Bestimmung wird derart vorgenommen, dass 20 bis 30 *g* Bier mit Sand oder Gyps unter Umrühren getrocknet

und mit Natronkalk nach Will-Varrentrapp verbrannt werden das sich entwickelnde Ammoniak wird in überschüssig vor gelegter Schwefelsäure aufgefangen.

Man kann jedoch zur Stickstoff-Bestimmung im Bier auch die Kjeldahl'sche Methode, modificiert von P. Kulisch, in Anwendung bringen (siehe Wein-Analyse).

## VIII. Bestimmung der Phosphorsäure.

Diese Bestimmung ist von Wichtigkeit, da hievon nich nur der Wert des Bieres als Nahrungsmittel abhängig erscheint sondern auch dadurch der Nachweis von Dextrinzucker al Malzsurrogat ermöglicht wird; letzterer Stoff besitzt ein geringe Phosphorsäuremenge.

Der Phosphorsäuregehalt der Bieraschen beträgt durch schnittlich 28 bis 30 %.

Die Bestimmung der Phosphorsäure in der Asche kan nach Abscheidung der Kieselsäure in salpetersaurer Lösu entweder durch Titration mit Uranlösung oder nach d Molybdän-Methode vorgenommen werden.

Es lässt sich auch die Titration der Phosphorsäure i Biere selbst rasch mittelst essigsaurem Uranoxyd zieml genau vornehmen.

## IX. Bestimmung des Vergährungsgrades.

Waren $p$ Procente Extract in der Würze enthalten, müsste, sobald aller Zucker sich in Alkohol und Kohlensäu verwandelt hat, der Vergährungsgrad 100 sein.

Da jedoch nur $(p - m)$ Theile scheinbar und $(p -$ Theile wirklich vergohren sind, so lässt sich der Vergährungs grad procentisch wie folgt berechnen:

$$x_1 = \frac{(p - m)\,100}{p};\ x_2 = \frac{(p - n)\,100}{p};$$

wobei $x_1$ den scheinbaren Vergährungsgrad,
$x_2$ „ wirklichen „

bedeutet; $p$, $m$, $n$ haben die bekannte Bedeutung.

## H. Eisessig-, Essig- (Holzessig-) Untersuchung.

Zur Gehaltsbestimmung des Eisessigs benützt man ausser der Titration die Bestimmung der Erstarrungs-Temperatur nach Rüdorff.*)

Man kühlt die Flüssigkeit etwa 1° C. unter die annähernd bestimmte Erstarrungs-Temperatur ab, wirft ein Körnchen fester Säure hinein (diese kann man sich leicht verschaffen, wenn man einige Tropfen der flüssigen Säure in ein Reagensglas bringt und mit demselben eine Mischung von kaltem Wasser mit Salmiak, salpetersaurem Ammon, oder Rhodankalium umrührt), bewegt die Flüssigkeit mit einem empfindlichen Thermometer und bewirkt so die Ausscheidung der Essigsäure. Die Temperatur steigt hierbei bis zum Erstarrungspunkte der Mischung.

Der Stand des Quecksilbers muss nun beobachtet werden, bevor sich zu viel Essigsäure ausgeschieden hat, indem durch das Festwerden einer grossen Menge Essigsäure das Verhältnis zwischen Wasser und Säure ein anderes wird.

Macht man mehrere Bestimmungen, so differieren die Zahlen höchstens um 0·1° C.

Folgende Tabelle von Rüdorff (Tabelle Nr. XXX.) zeigt die Mischungsverhältnisse bei verschiedenen Temperaturen.

### Tabelle Nr. XXX.

| 100 Gewichtstheile Essigsäure sind vermischt mit Wasser | 100 Gewichtstheile Mischung enthalten Wasser | Erstarrungs-Temperatur ° C. |
|---|---|---|
| 0·0 | 0·0 | + 16·7 |
| 0·5 | 0·497 | 15·65 |
| 1·0 | 0·990 | 14·8 |
| 1·5 | 1·477 | 14·0 |
| 2·0 | 1·961 | 13·25 |
| 3·0 | 2·912 | 11·95 |
| 4·0 | 3·846 | 10·5 |
| 5·0 | 4·761 | 9·4 |
| 6·0 | 5·660 | 8·2 |

*) Bolley, Analyse, S. 158.

| 100 Gewichtstheile Essigsäure sind vermischt mit Wasser | 100 Gewichtstheile Mischung enthalten Wasser | Erstarrungs-Temperatur ° C. |
|---|---|---|
| 7·0 | 6·542 | 7·1 |
| 8·0 | 7·407 | 6·25 |
| 9·0 | 8·257 | 5·3 |
| 10·0 | 9·090 | 4·3 |
| 11·0 | 9·910 | 3·6 |
| 12·0 | 10·774 | 2·7 |
| 15·0 | 13·043 | − 0·2 |
| 18·0 | 15·324 | 2·6 |
| 21·0 | 17·355 | 5·1 |
| 24·0 | 19·354 | 7·4 |

Es ergibt sich hieraus, dass namentlich in concentriertem essig das Wasser mit voller Sicherheit bis auf $^1/_{10}$ % bestimmt we kann. Wie Wasser wirken auch andere Substanzen erniedri auf den Erstarrungspunkt der Säure ein, so z. B. Schwefels Alkohol und einige Salze, welche sich in der Essigsäure l

Man hat also bei solchen Bestimmungen auf fremde Kö Rücksicht zu nehmen, um nicht falsche Resultate zu erha

Die Essigsäure zeigt beim Vermischen mit Wa eigenthümliche Verhältnisse hinsichtlich des specifis Gewichtes. Beim Vermischen eines Essigsäurehydrates Wasser bis zu 30% findet eine Contraction statt, das specifi Gewicht ist 1·0748, von hier an bis zu ca. 127% Wa zusatz nimmt das specifische Gewicht weiter ab und err schliesslich dasjenige des Essigsäurehydrates, nämlich 1·0

Aus der Tabelle von A. C. Oudemans*) (Ta Nr. XXXI.) lässt sich ersehen, dass den specifischen Gewic zwischen 1·055 und 1·0748 je zwei verdünnte Säuren sprechen: die eine mit weniger als 77%, die andere mit r als 80% Essigsäurehydrat.

Enthält die Essigsäure oder der Essig Extractivst Salze etc. gelöst, so beeinflussen diese Körper das specifi Gewicht und dann kann diese Tabelle nicht mehr ben werden, abgesehen davon, dass dieselbe keine zuverläss Werte gibt; es muss in diesem Falle der Gehalt an Essigs acidimetrisch ermittelt werden.

*) Post, Chemisch-technische Analyse, S. 892.

## Tabelle Nr. XXXI.

über den Gehalt einer Essigsäure an Hydrat von A. C. Oudemans.

(Specifisches Gewicht bei 15° C.

| Procente Essigsäure-hydrat | Spec. Gewicht | Procente Essigsäure-hydrat | Spec. Gewicht | Procente Essigsäure-hydrat | Spec. Gewicht | Procente Essigsäure-hydrat | Spec. Gewicht |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 100 | 1·0553 | 74 | 1·0744 | 48 | 1·0598 | 22 | 1·0311 |
| 99 | 1·0580 | 73 | 1·0742 | 47 | 1·0589 | 21 | 1·0298 |
| 98 | 1·0604 | 72 | 1·0740 | 46 | 1·0580 | 20 | 1·0284 |
| 97 | 1·0625 | 71 | 1·0737 | 45 | 1·0571 | 19 | 1·0270 |
| 96 | 1·0644 | 70 | 1·0733 | 44 | 1·0562 | 18 | 1·0256 |
| 95 | 1·0660 | 69 | 1·0729 | 43 | 1·0552 | 17 | 1·0242 |
| 94 | 1·0674 | 68 | 1·0725 | 42 | 1·0543 | 16 | 1·0228 |
| 93 | 1·0686 | 67 | 1·0721 | 41 | 1·0533 | 15 | 1·0214 |
| 92 | 1·0696 | 66 | 1·0717 | 40 | 1·0532 | 14 | 1·0200 |
| 91 | 1·0705 | 65 | 1·0712 | 39 | 1·0513 | 13 | 1·0185 |
| 90 | 1·0713 | 64 | 1·0707 | 38 | 1·0502 | 12 | 1·0171 |
| 89 | 1·0720 | 63 | 1·0702 | 37 | 1·0492 | 11 | 1·0157 |
| 88 | 1·0726 | 62 | 1·0697 | 36 | 1·0481 | 10 | 1·0142 |
| 87 | 1·0731 | 61 | 1·0691 | 35 | 1·0470 | 9 | 1·0127 |
| 86 | 1·0736 | 60 | 1·0685 | 34 | 1·0459 | 8 | 1·0113 |
| 85 | 1·0739 | 59 | 1·0679 | 33 | 1·0447 | 7 | 1·0098 |
| 84 | 1·0742 | 58 | 1·0673 | 32 | 1·0436 | 6 | 1·0083 |
| 83 | 1·0744 | 57 | 1·0666 | 31 | 1·0424 | 5 | 1·0067 |
| 82 | 1·0746 | 56 | 1·0660 | 30 | 1·0412 | 4 | 1·0052 |
| 81 | 1·0747 | 55 | 1·0653 | 29 | 1·0400 | 3 | 1·0037 |
| 80 | 1·0748 | 54 | 1·0646 | 28 | 1·0388 | 2 | 1·0022 |
| 79 | 1·0748 | 53 | 1·0638 | 27 | 1·0375 | 1 | 1·0007 |
| 78 | 1·0748 | 52 | 1·0631 | 26 | 1·0363 | 0 | 0·9992 |
| 77 | 1·0748 | 51 | 1·0623 | 25 | 1·0350 | | |
| 76 | 1·0747 | 50 | 1·0615 | 24 | 1·0337 | | |
| 75 | 1·0746 | 49 | 1·0607 | 23 | 1·0324 | | |

Aus einem mit gut eingeriebenem Stöpsel versehenen, mit dem zu untersuchenden Essig gefüllten Wägefläschchen bringe man nach dem Wägen rasch etwa 0·5—1 *g* Säure in einen mit Wasser zum Theile gefüllten Kolben; wird das Wägefläschchen jetzt wieder gewogen, so findet man das Gewicht des ver-

wendeten Essigs. — Zu der Auflösung des Essigs in Wasse setzt man einige Tropfen Phenolphthalein-Lösung und titrie mit $\frac{n}{10}$ — Normallauge; die verbrauchte Anzahl $cm^3$ wird a Procente Essigsäurehydrat umgerechnet. Diese Berechnun setzt voraus, dass keine andere freie oder halbgebundene Säur zugegen ist. Dieser Umstand muss durch Versuche festgestell werden.

Ferner wird es manchmal nöthig sein, bei Speiseessige den Extract- und Aschengehalt zu ermitteln, welch erstere man noch weiter zu untersuchen, eventuell auch mikroskopisc zu prüfen hat.

Handelt es sich darum, im rohen Holzessig oder i holzessigsauren Calcium den Essigsäuregehalt zu finden, bedient man sich am besten der Fresenius'schen Methode.*)

Das Princip dieser Methode gründet sich darauf, da Phosphorsäure aus essigsauren Salzen bei der Destillati sämmtliche Essigsäure austreibt.

Im Destillat wird die Essigsäure acidimetrisch bestimm

Eine bestimmte Menge Holzessig wird mit Calciumcarbon neutralisiert, die Lösung eingedampft und der trockene Rüc stand zur Destillation mit Phosphorsäure verwendet.

Auf 5 *g* essigsaures Calcium nimmt man 50 $cm^3$ Ph phorsäure vom specifischen Gewichte 1·2 und 50 $cm^3$ Wass Auch bei dieser Methode ist auf eventuell in das Destil übergegangene Säuren (wie Salzsäure, Ameisensä und andere flüchtige Fettsäuren) Rücksicht nehmen.

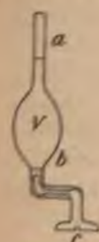


*Fig. 20.*

Eine scharfe Trennung der flüchtigen Fe säuren, wie der Ameisensäure, Propionsäure, von d Essigsäure ist sehr schwer zu erreichen; die Liebi sche Methode der fractionierten Destillation gibt n annähernd richtige Resultate.

Zur Bestimmung der Essigsäure in ihren rei wässerigen Lösungen lässt sich das Stalagmomete von J. Traube,**) welches auch zur Alkohol- un Fuselöl-Bestimmung brauchbar ist, verwenden, doch muss z diesem Zwecke die Capillarröhre (*Fig. 20*) enger sein, als bein Fuselöl-Bestimmungsapparate.

---

*) Fresenius, Quantitative Analyse, II., 326.
Zeitschrift für analyt. Chemie, 5, 315; 14, 172.

**) Zeitschrift für analyt. Chemie, 27, 659.

Mit dem Instrumente wird die Zahl der Tropfen ermittelt, in welche sich ein bestimmtes Volumen einer Flüssigkeit bei nicht zu schnellem Ausfliessen an einer kreisförmigen ebenen Fläche theilt; es wird also das Tropfenvolumen festgestellt. Man saugt mit der Pumpe oder mit dem Munde die zu untersuchende Flüssigkeit auf und zählt, wie viele Tropfen sich beim Ausfliessen des zwischen den Marken *a* und *b* befindlichen Volumens *V* von der Fläche *c* loslösen.

Traube hat Tabellen für die Tropfenzahl von 0—10% Essigsäure für die Temperaturen von. 11—29° C. (Alkohol 0—10% für die Temperaturen von 10—30° C.) ausgearbeitet; in diesen Tabellen ist die Tropfenzahl des Wassers bei 15° C. mit 100 angenommen.

Auf jedem Instrument ist die Tropfenzahl des Wassers bei 15° C. = *a* eingraviert, und man hat daher nur die gefundene Tropfenanzahl mit $\frac{100}{a}$ zu multiplicieren und die so erhaltene Zahl in der dem Instrumente beigegebenen Tabelle aufzusuchen.

Bei Essigsäure von grösserem Gehalte ist dieselbe durch geeignete Verdünnung auf weniger als 10 Volumprocente zu bringen.

Wurde im Essig freie Schwefelsäure nachgewiesen, so kann dieselbe nach B. Kohnstein*) wie folgt bestimmt werden: 100 $cm^3$ werden mit Magnesia gesättigt, 25—30 *g* des klaren Filtrates zur Trockene verdunstet, geglüht und der Glührückstand mit kohlensäurehältigem Wasser eingedampft, damit das Magnesiumcarbonat pulveriger wird und sich leichter auswaschen lässt. Dann wird mit heissem Wasser aufgenommen, ausgewaschen und im Filtrate nach Ausfällung des Kalkes die Magnesia bestimmt. Durch Verdampfen und Veraschen des Essigs kann man den natürlichen Gehalt desselben an etwa vorhandener Magnesia bestimmen und entsprechend in Abzug bringen.

Näheres über diese Methode ist bei der Untersuchung der Gerbmaterialien angegeben worden.

---

*) Dingler's Pol. Journ., 256, 128.

# Vierter Abschnitt.

## A. Milch-Analyse.

### I. Bestimmung des specifischen Gewichtes.

Die Bestimmung des specifischen Gewichtes wird entweder mit dem Aræometer, mit der Mohr-Westphal'schen Wage, dem Lactodensimeter von Quevenue, oder mit dem Pyknometer vorgenommen.

Wird das specifische Gewicht mit dem Aræometer ermittelt, so muss man trachten, die zu untersuchende Milch und das Instrument auf die Normaltemperatur zu bringen, da eine Correction unsichere Resultate ergibt; ferner muss die Beobachtung rasch erfolgen, da durch das sogenannte Aufrahmen der Milch die Ablesung erschwert wird.

Auch bei der Bestimmung des specifischen Gewichtes mit dem Pyknometer (*Fig. 1*) verursacht das Aufrahmen — das Emporsteigen des Rahms — Schwierigkeiten, welche jedoch überwunden werden können. Es wird die Milch in einer Flasche, bevor sie in das Pyknometer gebracht wird, in Wasser von nahezu 15° C. gestellt und öfters, um das Aufrahmen zu verhindern, geschüttelt.

Die derart auf die beabsichtigte Temperatur gebrachte Milch wird, nach vorhergegangenem Durchschütteln, in das Pyknometer gegossen und der eingeriebene, mit angeschliffener breiter oberen Fläche und feiner Capillarröhre versehene Stöpsel eingefügt. Hiebei bildet sich ein Milchtropfen, der auf der matten Oberfläche desselben sitzen bleibt;

dieser darf nicht abgewischt werden. Das Pyknometer sammt Inhalt wird nun in Wasser von der Temperatur von 15° C. eingestellt.

Nach 15 Minuten wird der Rest des Milchtropfens vorsichtig abgewischt, das Pyknometer von dem anhängenden Wasser befreit und ausgewogen.

Wenn auch ein Aufrahmen während der Zeit des ruhigen Stehens eintritt, so bleibt das ursprünglich genommene Milchquantum beinahe vollständig intact und das specifische Gewicht kann bis auf 5 Einheiten der vierten Decimalstelle richtig gefunden werden, was für alle Umrechnungen vollständig genügt.

## II. Säure-Bestimmung.

Die Probenahme zu dieser, als auch zu den nachfolgenden Bestimmungen kann entweder so erfolgen, dass man aus der auf 15° C. abgekühlten Milch mit cubicierten Gefässen die erforderlichen Quantitäten nimmt und dieselben mittelst des bereits ermittelten specifischen Gewichtes auf das absolute Gewicht umrechnet, oder derart, dass man die Probe aus einem grösseren, nicht ganz mit Milch gefüllten Wägefläschchen, nach Wägung und Schüttlung des Inhaltes, zieht und durch Zurückwägung das Gewicht der entnommenen Milch findet.

Zur Säure-Bestimmung werden 10 *g* Milch genommen, mit 50 $cm^3$ destillierten Wassers vermischt und mit einigen Tropfen einer Lösung von Phenolphthaleïn in Alkohol versetzt. Nun werden mit Natronlauge von bekanntem Gehalte die vorhandenen Säuren neutralisiert; das Eintreten einer deutlichen rosarothen Färbung zeigt den Sättigungspunkt an.

Das Resultat wird, entweder in $cm^3$ $^1/_{10}$ — Normal-Natronlauge oder in Procenten Milchsäure ausgedrückt, angegeben.

## III. Bestimmung der Trockensubstanz und der Asche.

Die nach der oben angegebenen Methode gemessene oder gewogene Milch wird in ein gewogenes Porzellanschälchen gebracht, auf dem Wasserbade eingedampft und dann im Luftbade bei 105° C. getrocknet, hierauf gewogen; das Mehrgewicht wird procentisch als Trockensubstanz in Rechnung gestellt.

Durch Verbrennung und Einäscherung der Trockensubstanz findet man die Salze als Asche.

## IV. Betimmung der Eiweisskörper und des Milchfettes

### a) *Gesammt-Eiweiss-Fällung.*

Schliesst man sich der neueren Ansicht Pfeiffer's*) an die dahin geht, dass in der ausgebildeten Milch weder Serumalbumin noch Pepton enthalten sind und dass die bei der Fällung der Milch durch Säuren entstehenden verschiedenen Niederschläge, welche man als Caseïn, Albumin etc. bezeichnet, nur Modificationen eines und desselben Eiweisskörpers: des Milcheiweisses oder Caseïns sind und infolge der Einwirkung der Agentien entstehen, so kann man alle Eiweisskörper einer vollständig ausgebildeten Milch nach der H. Ritthausen'schen**) Methode bestimmen.

Zur Ausführung der Fällung bedarf man folgender Lösungen:

1. Eine Kupfervitriollösung, die im Liter 103·92 *g* unkrystallisierten und zwischen Filtrierpapier getrockneten Kupfervitriol enthält;

2. eine Natronlauge vom specifischen Gewichte 1·018.

Es werden genau 10 *g* Milch mit 100 $cm^3$ destillierten Wassers in einem Becherglase vermischt. Hierauf setzt man unter Umrühren 5 $cm^3$ der Kupfersulfatlösung zu, hiezu fügt man 7 $cm^3$ der Natronlauge und rührt von neuem um. Es bildet sich ein bläulicher, rasch absitzender Niederschlag; die über diesem befindliche klare Flüssigkeit wird nun auf ihre Reaction geprüft.

Ist dieselbe alkalisch, so wurde zu viel Natronlauge zugesetzt und es muss der Überschuss derselben durch sehr verdünnte Salzsäure (1 $cm^3$ Salzsäure auf 100 $cm^3$ destilliertes Wasser) bis zur neutralen Reaction der Flüssigkeit abgesättigt werden. Bei saurer Reaction der Flüssigkeit, welch letztere sich dann über dem grossflockigen, dunkelblauen Niederschlage befindet, wird tropfenweise Natronlauge zugefügt, bis die Flüssigkeit neutral ist und die Fällung hellblau und kleinflockig erscheint.

Man kann sich auch wie folgt überzeugen, ob alle Eiweisskörper und alles Kupfer aus dem Filtrate vollkommen entfernt wurden:

Es darf nämlich bei vollständiger Fällung in einer kleinen, mit einer Pipette der klaren Flüssigkeit entnommenen Partie durch Natronlauge keine Trübung und keine Blaufärbung eintreten. Einen ganz geringen bläulichen Schimmer

*) Pfeiffer, die Analyse der Milch, S. 26.
**) Journal für prakt. Chemie, neue Folge, 15, S. 329.

darf die Flüssigkeit zeigen, da derselbe durch unwägbare Mengen Kupfer erzeugt wird.

Ferner darf eine solche Probe nicht dunkelblau erscheinen, da dies auf einen Überschuss von Natronlauge, der Eiweiss und Kupfer löst, deutet; dieser Fehler wird durch Zusatz ganz verdünnter Salzsäure corrigiert.

Hat man sich überzeugt, dass sämmtliches Kupfer und alle Eiweisskörper ausgefällt wurden, so wird der Niederschlag auf ein getrocknetes und gewogenes Faltenfilter (9—10 *cm* Diameter) von bekanntem Aschengehalte gebracht. Als Spülflüssigkeit benützt man das Filtrat; nachdem der Niederschlag völlig abgetropft hat, wäscht man ihn mit circa 100 $cm^3$ heissen Wassers. Der Niederschlag wird im Trichter bei 100° C. getrocknet und gewogen, hierauf ungefähr eine Stunde in dem vom Verfasser verbesserten Szombathi-Soxhlet'schen Extractions-Apparate*) (*Fig. 21*) der Einwirkung von siedendem Äther oder von Chloroform etc. ausgesetzt.

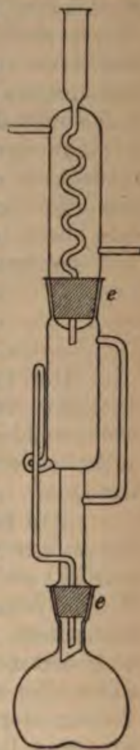


*Fig. 21.*

Bei dem verbesserten Apparate sind alle Korkverbindungen vermieden und die einzelnen Theile desselben ineinander geschliffen; durch passende Zusammenstellung wird der möglichst günstigste Erfolg erzielt.

Der Apparat ist etwa 70 *cm* lang; die Kühlung wird mittelst Schlangenkühler bewirkt, was bekanntlich nur ein Vortheil ist. Bei *e* sind die Theile eingeschliffen.

Der extrahierte Niederschlag wird abermals getrocknet und in dem Wägefläschchen gewogen. Die Differenz der einzelnen Wägungen gibt den Buttergehalt und den Gehalt an Kupfer mehr Eiweiss. Das Kupfer, dessen Menge in 5 $cm^3$ der Kupfersulfatlösung 0·5196 *g* Kupfersulfat oder 0·2026 *g* Kupferoxydhydrat beträgt, liegt auch nach dem Trocknen bei 100° C. als solches vor, und wenn man daher 0·2026 *g* von der erhaltenen Summe von Eiweiss und Kupferoxydhydrat abzieht, so ergibt sich daraus der Eiweissgehalt.

---

*) Zeitschrift f. angewandte Chemie 1888, Heft 2. (Der Apparat, sowie etwaige Ersatzstücke sind in guter Ausführung von dem Glaskünstler C. Woytaček, Wien, VII., Westbahnstrasse Nr. 3, zu beziehen.)

Dieses Resultat ist um ein geringes zu gross, da sich die in der Milch enthaltenen Salze nicht vollständig auswaschen lassen; um bei sehr genauen Analysen selbst diesen Fehler zu eliminieren, kann man den gewogenen Niederschlag in einem Rose'schen Tiegel vorsichtig einäschern und mit Schwefel im Wasserstoffstrome das Kupfer in Schwefelkupfer überführen. Das Gewicht des Schwefelkupfers beträgt 0·1652 *g* (oder 0·1319 *g* metallisches Kupfer). Das Mehrgewicht setzt sich aus der Filterasche und den im Niederschlage enthaltenen Salzen zusammen. Die Differenz aus dem Mehrgewichte und der Filterasche wird dann noch vom Gewichte des Eiweisses abgezogen und auf diese Art dasselbe richtig gefunden. Bei technischen Analysen sind diese letzten Operationen nicht nöthig, da der Fehler ein sehr geringer ist.

### *b) Fractionierte Eiweissfällung.*

Hat man es mit unausgebildeter Milch, also mit Colostrum zu thun, oder schliesst man sich der älteren Ansicht an,*) nach welcher in der Milch mehrere Modificationen des Eiweisses enthalten sind, so muss nachstehendes Verfahren eingehalten werden:

10 *g* Milch werden mit 50 $cm^3$ destillierten Wassers vermischt, hiezu 2 $cm^3$ verdünnter Salzsäure (1 $cm^3$ concentrierte Salzsäure auf 100 $cm^3$ destilliertes Wasser) gegeben. Der grossflockige Niederschlag wird auf ein getrocknetes, gewogenes Filter von bekanntem Aschengehalte gebracht und mit circa 30 $cm^3$ destillierten Wassers gewaschen. Das Filtrat muss klar sein; sollte dies nicht der Fall sein, so muss man noch ein bis vier Tropfen der verdünnten Salzsäure zufügen, doch hüte man sich vor einem Überschusse derselben. Das Filtrat der ersten Fällung wird aufgekocht und der hierbei gebildete Niederschlag auf ein wie das oben beschaffene Filter gebracht und gewaschen. Das entstandene Filtrat wird fast bis zur Trockene eingedampft und die Fällung auf ein Filter gebracht, das Filtrat derselben endlich wird mit destilliertem Wasser auf 100 $cm^3$ aufgefüllt, mit 10 $cm^3$ einer 10procentigen Tanninlösung versetzt und dadurch der letzte Rest von Eiweissubstanz ausgefällt.

Alle vier Filter mit den Fällungen werden getrocknet und gewogen. Die erste, die das gesammte Fett enthält, wird im Extractions-Apparate mit siedendem Äther behandelt, hierauf

*) Vertreten von Hoppe-Seyler.

getrocknet und abermals gewogen; die Differenz zwischen der ersten und zweiten Wägung gibt den Fettgehalt der Milch.

Aus den Gewichtszunahmen der einzelnen Filter findet man die Gewichte der einzelnen Fällungen. Bei der letzten Fällung ist selbstverständlich das Gewicht des Tannins in Abrechnung zu bringen.

Nach Hoppe-Seyler gibt die erste Fällung, vermindert um das Fett, das „Caseïn“, die zweite das „Albumin“, die dritte das „spontan gerinnende Eiweiss“ und die vierte den „Eiweissrest“ an.

Bei genauen Bestimmungen ist nach dem Einäschern der Niederschläge die Menge der Salze von den Eiweissfällungen in Abrechnung zu bringen.

Bei der Bestimmung des Milchfettes ist noch zu bemerken, dass man die ätherische Lösung des Fettes zur directen Wägung desselben verwenden kann.

Die aræometrische Fettbestimmungs-Methode von Soxhlet*) wird neuerer Zeit sehr häufig zur Ermittlung des Fettgehaltes der Milch angewendet. Diese Methode ist mit dem von Soxhlet angegebenen Apparate durchzuführen und gründet sich auf folgendes Princip: Schüttelt man eine bestimmte Menge Milch mit Kalilauge und einer bestimmten Menge Äther, so nimmt der Äther alles Fett aus der Milch auf; es bildet sich eine Ätherfettlösung, deren specifisches Gewicht im Verhältnis zu der aufgenommenen Menge Butter steht; natürlich unter der Voraussetzung, dass das Milchfett stets dasselbe specif. Gewicht besitzt.

Hat man dieses Verhältnis einmal durch gleichzeitige gewichtsanalytische Ermittelungen empirisch festgestellt, so lässt sich im gegebenen Falle aus dem specifischen Gewichte der Ätherfettlösung auf deren Gehalt an Fett schliessen.

Zur Durchführung der aræometrischen Fettbestimmungs-Methode von F. Soxhlet**) benöthigt man:

1. Den in *Fig. 21* abgebildeten Apparat mit den drei beigegebenen Pipetten zum Abmessen von Milch, Kalilauge und Äther;
2. Kalilauge vom specifischen Gewichte 1·26—1·27;
3. mit Wasser gesättigten Äther;
4. gewöhnlichen Äther;
5. ein Gefäss von circa 4—6 *l* Inhalt mit Wasser, welches auf die Temperatur 17·5 ° C. (17—18 ° C.) zu bringen ist.

*) Zeitschrift des landwirtschaftlichen Vereines in Baiern, 1881.
**) Pfeiffer, Analyse der Milch, S. 45.

Zur Probe selbst werden von der durchgemischten Milch 200 $cm^3$ mit der grössten Pipette bei 17·5° C. abgemessen und in eine der Schüttelflaschen (*a*) von 300 $cm^3$ Inhalt auslaufen gelassen und schliesslich wird die Messröhre durch Einblasen vollständig entleert.

Auf gleiche Weise misst man 10 $cm^3$ Kalilauge (17·5° C.) mit der kleinsten Pipette ab, fügt diese der Milch zu, schüttelt gut durch und setzt nun 60 $cm^3$ (17·5° C.) wasserhältigen Äther zu, welchen man mit der mittleren Pipette abgemessen hat. Nachdem die Flasche mittelst eines Gummistopfens verschlossen wurde, schüttelt man dieselbe eine halbe Minute kräftig durch, setzt sie in das Gefäss mit Wasser von 17·5° C. und schüttelt die Flasche eine Viertelstunde lang von einer halben zu einer halben Minute leicht durch, indem man jedesmal 3—4 Stösse in senkrechter Richtung macht. Nach weiterem einviertelstündigem ruhigen Stehen hat sich im oberen verjüngten Theile der Flasche eine klare Schicht angesammelt.

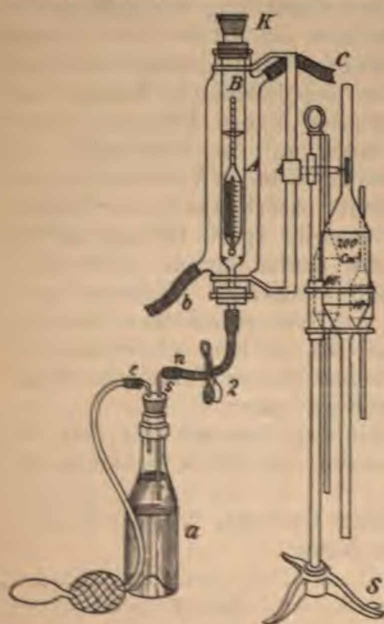


*Fig. 22.*

Die Fettlösung muss vollkommen klar und ihre Menge so gross sein, dass die Senkspindel zum Schwimmen gebracht werden kann.

Bei fettreicher Milch ($4^1/_2$—5%) dauert die Abscheidung länger.

Der Apparat (*Fig. 22*) ist folgendermassen angeordnet:

Das Stativ trägt mittelst verstellbarer Muffe einen Halter für das Kühlrohr *A*, an dessen Ablaufröhren sich Kautschukschläuche befinden. Der Träger des Kühlrohres ist um die wagrechte Achse drehbar, so dass das genannte Rohr in horizontale Lage gebracht werden kann. Centrisch in dem Kühlrohr befestigt ist ein Glasrohr *B*, welches um 2 *mm* weiter ist als der Schwimmkörper des Aræometers, zu dessen Aufnahme es bestimmt ist. Um ein Verschliessen des unteren Theiles durch das Aræometer oder

ein Festklemmen desselben zu verhindern, sind an dem unteren Ende drei nach innen gerichtete Spitzen angebracht. Das obere offene Ende ist mittelst eines Korkes zu verschliessen.

Das Aræometer *C* trägt auf der Scala die Grade 66—43, welche den specifischen Gewichten 0·766—0·743 bei 17·5° C. entsprechen.

Im Schwimmkörper des Aræometers befindet sich ein in Fünftelgrade C. getheiltes Thermometer, welches noch Zehntelgrade C. abzulesen gestattet. — Behufs Gebrauches taucht man den Kautschukschlauch des unteren seitlichen Ablaufrohres *b* am Kühler in das Gefäss mit Wasser, saugt am oberen Schlauch *c*, bis der Zwischenraum des Kühlers sich mit Wasser gefüllt hat und verschliesst, indem man beide Schlauchenden durch ein Glasrohr vereinigt. Man entfernt nun den Stöpsel der Schüttelflasche *a*, steckt an dessen Stelle den Gummistopfen *D* (durch dessen beide Bohrungen verschieden lange Knierohre stecken) in die Mündung und schiebt das langschenklige Knierohr *s* soweit herunter, dass das Ende bis nahe an die untere Grenze der Ätherschichte eintaucht. Nachdem man den kleinen Gummiblasbalg an das kurze Knierohr *e* gesteckt und den Kork *K* in der Röhre *B* gelüftet hat, öffnet man den Quetschhahn *q* und drückt möglichst sanft die Kautschukkugel *E*; die klare Fettlösung steigt in das Aræometerrohr und hebt das Aræometer; wenn letzteres schwimmt, schliesst man den Quetschhahn und befestigt den Kork im Aræometerrohre, um Verdunstung des Äthers zu vermeiden. Um die Verdunstung hintanzuhalten, kann man auch einen Soxhlet'schen Metallkugelkühler anwenden. Man wartet 1—2 Minuten, bis Temperatur-Ausgleichung stattgefunden hat und liest den Stand der Scala ab, wobei man die Spindel in die Mitte der Flüssigkeit bringt, was durch Neigen des Knierohres am beweglichen Halter und durch Drehen an der Schraube *S* des Stativfusses leicht gelingt. Da das specifische Gewicht durch höhere Temperatur verringert, durch niedrige erhöht wird, so muss die Temperatur bei der Bestimmung des specifischen Gewichtes der Ätherfettlösung berücksichtigt werden. Man liest deshalb kurz vor oder nach der Aræometerablesung die Temperatur der Flüssigkeit an dem Thermometer im Schwimmkörper auf $^1/_{10}$° C. ab. War die Temperatur genau 17·5° C., so ist die Angabe des Aræometers ohne weiteres verwendbar, im anderen Falle hat man das abgelesene specifische Gewicht auf die Temperatur von 17·5° C. zu reducieren; man zählt für jeden Grad C., den das Thermometer mehr zeigt als

17·5° C., einen Grad zum abgelesenen Aræometerstand hinzu und zieht für jeden Grad C., den es weniger zeigt als 17·5° C., einen Grad von demselben ab; doch soll hierbei die Abweichung von der mittleren Temperatur 17·5° C. nicht mehr als 1° C. betragen. Aus dem für 17·5° C. gefundenen specifischen Gewichte ergibt sich direct der Fettgehalt in Gewichtsprocenten aus der nachfolgenden Tabelle (Tabelle Nr. XXXII.).

## Tabelle Nr. XXXII.

angebend den Fettgehalt der Vollmilch in Gewichts-Procenten nach dem specifischen Gewichte der Äther-Fettlösung bei 17·5° C. nach Soxhlet.

| Spec. Gewicht | Fett % | Spec. Gewicht | Fett % | Spec. Gewicht | Fett % | Spec. Gewicht | Fett % | Spec. Gewicht | Fett % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 43·0 | 2·07 | 45·3 | 2·33 | 47·6 | 2·60 | 49·9 | 2·87 | 52·2 | 3·15 |
| 43·1 | 2·08 | 45·4 | 2·34 | 47·7 | 2·61 | 50·0 | 2·88 | 52·3 | 3·16 |
| 43·2 | 2·09 | 45·5 | 2·35 | 47·8 | 2·62 | 50·1 | 2·90 | 52·4 | 3·17 |
| 43·3 | 2·10 | 45·6 | 2·36 | 47·9 | 2·63 | 50·2 | 2·91 | 52·5 | 3·18 |
| 43·4 | 2·11 | 45·7 | 2·37 | 48·0 | 2·64 | 50·3 | 2·92 | 52·6 | 3·20 |
| 43·5 | 2·12 | 45·8 | 2·38 | 48·1 | 2·66 | 50·4 | 2·93 | 52·7 | 3·21 |
| 43·6 | 2·13 | 45·9 | 2·39 | 48·2 | 2·67 | 50·5 | 2·94 | 52·8 | 3·22 |
| 43·7 | 2·14 | 46·0 | 2·40 | 48·3 | 2·68 | 50·6 | 2·96 | 52·9 | 3·23 |
| 43·8 | 2·16 | 46·1 | 2·42 | 48·4 | 2·70 | 50·7 | 2·97 | 53·0 | 3·25 |
| 43·9 | 2·17 | 46·2 | 2·43 | 48·5 | 2·71 | 50·8 | 2·98 | 53·1 | 3·26 |
| 44·0 | 2·18 | 46·3 | 2·44 | 48·6 | 2·72 | 50·9 | 2·99 | 53·2 | 3·27 |
| 44·1 | 2·19 | 46·4 | 2·45 | 48·7 | 2·73 | 51·0 | 3·00 | 53·3 | 3·28 |
| 44·2 | 2·20 | 46·5 | 2·46 | 48·8 | 2·74 | 51·1 | 3·01 | 53·4 | 3·29 |
| 44·3 | 2·22 | 46·6 | 2·47 | 48·9 | 2·75 | 51·2 | 3·03 | 53·5 | 3·30 |
| 44·4 | 2·23 | 46·7 | 2·49 | 49·0 | 2·76 | 51·3 | 3·04 | 53·6 | 3·31 |
| 44·5 | 2·24 | 46·8 | 2·50 | 49·1 | 2·77 | 51·4 | 3·05 | 53·7 | 3·33 |
| 44·6 | 2·25 | 46·9 | 2·51 | 49·2 | 2·78 | 51·5 | 3·06 | 53·8 | 3·34 |
| 44·7 | 2·26 | 47·0 | 2·52 | 49·3 | 2·79 | 51·6 | 3·08 | 53·9 | 3·35 |
| 44·8 | 2·27 | 47·1 | 2·54 | 49·4 | 2·80 | 51·7 | 3·09 | 54·0 | 3·37 |
| 44·9 | 2·28 | 47·2 | 2·55 | 49·5 | 2·81 | 51·8 | 3·10 | 54·1 | 3·38 |
| 45·0 | 2·30 | 47·3 | 2·56 | 49·6 | 2·83 | 51·9 | 3·11 | 54·2 | 3·39 |
| 45·1 | 2·31 | 47·4 | 2·57 | 49·7 | 2·84 | 52·0 | 3·12 | 54·3 | 3·40 |
| 45·2 | 2·32 | 47·5 | 2·58 | 49·8 | 2·86 | 52·1 | 3·14 | 54·4 | 3·41 |

| Spec. Gewicht | Fett % | Spec. Gewicht | Fett % | Spec. Gewicht | Fett % | Spec. Gewicht | Fett % | Spec. Gewicht | Fett % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 54·5 | 3·43 | 56·9 | 3·74 | 59·3 | 4·07 | 61·7 | 4·42 | 64·1 | 4·80 |
| 54·6 | 3·45 | 57·0 | 3·75 | 59·4 | 4·09 | 61·8 | 4·44 | 64·2 | 4·82 |
| 54·7 | 3·46 | 57·1 | 3·76 | 59·5 | 4·11 | 61·9 | 4·46 | 64·3 | 4·84 |
| 54·8 | 3·47 | 57·2 | 3·78 | 59·6 | 4·12 | 62·0 | 4·47 | 64·4 | 4·85 |
| 54·9 | 3·48 | 57·3 | 3·80 | 59·7 | 4·14 | 62·1 | 4·48 | 64·5 | 4·87 |
| 55·0 | 3·49 | 57·4 | 3·81 | 59·8 | 4·15 | 62·2 | 4·50 | 64·6 | 4·88 |
| 55·1 | 3·51 | 57·5 | 3·82 | 59·9 | 4·16 | 62·3 | 4·52 | 64·7 | 4·90 |
| 55·2 | 3·52 | 57·6 | 3·84 | 60·0 | 4·18 | 62·4 | 4·53 | 64·8 | 4·92 |
| 55·3 | 3·53 | 57·7 | 3·85 | 60·1 | 4·19 | 62·5 | 4·55 | 64·9 | 4·93 |
| 55·4 | 3·55 | 57·8 | 3·87 | 60·2 | 4·20 | 62·6 | 4·56 | 65·0 | 4·95 |
| 55·5 | 3·56 | 57·9 | 3·88 | 60·3 | 4·21 | 62·7 | 4·58 | 65·1 | 4·97 |
| 55·6 | 3·57 | 58·0 | 3·90 | 60·4 | 4·23 | 62·8 | 4·59 | 65·2 | 4·98 |
| 55·7 | 3·59 | 58·1 | 3·91 | 60·5 | 4·24 | 62·9 | 4·61 | 65·3 | 5·00 |
| 55·8 | 3·60 | 58·2 | 3·92 | 60·6 | 4·26 | 63·0 | 4·63 | 65·4 | 5·02 |
| 55·9 | 3·61 | 58·3 | 3·93 | 60·7 | 4·27 | 63·1 | 4·64 | 65·5 | 5·04 |
| 56·0 | 3·63 | 58·4 | 3·95 | 60·8 | 4·29 | 63·2 | 4·66 | 65·6 | 5·05 |
| 56·1 | 3·64 | 58·5 | 3·96 | 60·9 | 4·30 | 63·3 | 4·67 | 65·7 | 5·07 |
| 56·2 | 3·65 | 58·6 | 3·98 | 61·0 | 4·32 | 63·4 | 4·69 | 65·8 | 5·09 |
| 56·3 | 3·67 | 58·7 | 3·99 | 61·1 | 4·33 | 63·5 | 4·70 | 65·9 | 5·11 |
| 56·4 | 3·68 | 58·8 | 4·01 | 61·2 | 4·35 | 63·6 | 4·71 | 66·0 | 5·12 |
| 56·5 | 3·69 | 58·9 | 4·02 | 61·3 | 4·36 | 63·7 | 4·73 | | |
| 56·6 | 3·71 | 59·0 | 4·03 | 61·4 | 4·37 | 63·8 | 4·75 | | |
| 56·7 | 3·72 | 59·1 | 4·04 | 61·5 | 4·39 | 63·9 | 4·77 | | |
| 56·8 | 3·73 | 59·2 | 4·06 | 61·6 | 4·40 | 64·0 | 4·79 | | |

Um nach Beendigung einer Untersuchung den Apparat für die folgende Bestimmung in Stand zu setzen, lüftet man den Stopfen der Schüttelflasche und lässt die Fettlösung in dieselbe zurückfliessen. Hierauf füllt man das Aræometerrohr *B* mit gewöhnlichem Äther und lässt auch diesen abfliessen. Treibt man mittelst des Blasebalges einen kräftigen Luftstrom durch den ganzen Apparat, so erhält man denselben rasch rein und trocken.

Bei Magermilch oder abgerahmter Milch von ca. 1% Fettgehalt bildet sich beim Schütteln mit der vorgeschriebenen Menge Kalilauge und Äther eine dicke gallertartige Masse, so dass sich selbst nach sehr langem Stehen keine Spur einer Ätherfettschichte absetzt. Um auch für diese Fälle die Methode

anwenden zu können, muss man sich einer geringen Menge Seifenlösung bedienen.

Am günstigsten ist die Verwendung von stearinsaurem Kali. Diese Seifenlösung wird folgendermassen bereitet:

Man erhitzt 15 *g* Stearinsäure mit 25 $cm^3$ Alkohol und 10 $cm^3$ der vorräthigen Kalilauge (spec. Gewicht 1·27) einige Minuten im Wasserbade, bis alles klar gelöst ist, und füllt bis 100 $cm^3$ auf. — Zu der in der Schüttelflasche befindlichen Milch setzt man 0·4—0·5 $cm^3$ = 20—25 Tropfen dieser Seifenlösung zu, schüttelt gut durch und verfährt sonst genau, wie für Vollmilch vorgeschrieben ist.

Es ist natürlich bei Magermilch ein besonderes Aræometer für niedrigere specifische Gewichte anzuwenden. Die Correcturen für die Temperatur über oder unter 17·5° C. sind gleich wie bei der Vollmilch. — Hierbei wird zur Ablesung des procentischen Fettgehaltes aus dem specifischen Gewichte eine besondere Tabelle (Tabelle Nr. XXXIII.) benützt.

## Tabelle Nr. XXXIII.

angebend den Fettgehalt der Magermilch in Gewichts-Procenten nach dem specifischen Gewichte der Äther-Fettlösung bei 17·5° C. nach Soxhlet.

| Spec. Gewicht | Fett % | Spec. Gewicht | Fett % | Spec. Gewicht | Fett % | Spec. Gewicht | Fett % | Spec. Gewicht | Fett % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 21·1 | 0·00 | 22·4 | 0·13 | 23·7 | 0·25 | 25·0 | 0·37 | 26·3 | 0·49 |
| 21·2 | 0·01 | 22·5 | 0·14 | 23·8 | 0·26 | 25·1 | 0·38 | 26·4 | 0·50 |
| 21·3 | 0·02 | 22·6 | 0·15 | 23·9 | 0·27 | 25·2 | 0·39 | 26·5 | 0·50 |
| 21·4 | 0·03 | 22·7 | 0·16 | 24·0 | 0·28 | 25·3 | 0·40 | 26·6 | 0·51 |
| 21·5 | 0·04 | 22·8 | 0·17 | 24·1 | 0·29 | 25·4 | 0·40 | 26·7 | 0·52 |
| 21·6 | 0·05 | 22·9 | 0·18 | 24·2 | 0·30 | 25·5 | 0·41 | 26·8 | 0·53 |
| 21·7 | 0·06 | 23·0 | 0·19 | 24·3 | 0·30 | 25·6 | 0·42 | 26·9 | 0·54 |
| 21·8 | 0·07 | 23·1 | 0·20 | 24·4 | 0·31 | 25·7 | 0·43 | 27·0 | 0·55 |
| 21·9 | 0·08 | 23·2 | 0·21 | 24·5 | 0·32 | 25·8 | 0·44 | 27·1 | 0·56 |
| 22·0 | 0·09 | 23·3 | 0·22 | 24·6 | 0·33 | 25·9 | 0·45 | 27·2 | 0·57 |
| 22·1 | 0·10 | 23·4 | 0·23 | 24·7 | 0·34 | 26·0 | 0·46 | 27·3 | 0·58 |
| 22·2 | 0·11 | 23·5 | 0·24 | 24·8 | 0·35 | 26·1 | 0·47 | 27·4 | 0·59 |
| 22·3 | 0·12 | 23·6 | 0·25 | 24·9 | 0·36 | 26·2 | 0·48 | 27·5 | 0·60 |

| Spec. Gewicht | Fett % | Spec. Gewicht | Fett % | Spec. Gewicht | Fett % | Spec. Gewicht | Fett % | Spec. Gewicht | Fett % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 27·6 | 0·60 | 30·7 | 0·89 | 33·8 | 1·17 | 36·9 | 1·46 | 40·0 | 1·77 |
| 27·7 | 0·61 | 30·8 | 0·90 | 33·9 | 1·18 | 37·0 | 1·47 | 40·1 | 1·78 |
| 27·8 | 0·62 | 30·9 | 0·91 | 34·0 | 1·19 | 37·1 | 1·48 | 40·2 | 1·79 |
| 27·9 | 0·63 | 31·0 | 0·92 | 34·1 | 1·20 | 37·2 | 1·49 | 40·3 | 1·80 |
| 28·0 | 0·64 | 31·1 | 0·93 | 34·2 | 1·21 | 37·3 | 1·50 | 40·4 | 1·81 |
| 28·1 | 0·65 | 31·2 | 0·94 | 34·3 | 1·22 | 37·4 | 1·51 | 40·5 | 1·82 |
| 28·2 | 0·66 | 31·3 | 0·95 | 34·4 | 1·23 | 37·5 | 1·52 | 40·6 | 1·83 |
| 28·3 | 0·67 | 31·4 | 0·95 | 34·5 | 1·24 | 37·6 | 1·53 | 40·7 | 1·84 |
| 28·4 | 0·68 | 31·5 | 0·96 | 34·6 | 1·24 | 37·7 | 1·54 | 40·8 | 1·85 |
| 28·5 | 0·69 | 31·6 | 0·97 | 34·7 | 1·25 | 37·8 | 1·55 | 40·9 | 1·86 |
| 28·6 | 0·70 | 31·7 | 0·98 | 34·8 | 1·26 | 37·9 | 1·56 | 41·0 | 1·87 |
| 28·7 | 0·71 | 31·8 | 0·99 | 34·9 | 1·27 | 38·0 | 1·57 | 41·1 | 1·88 |
| 28·8 | 0·72 | 31·9 | 1·00 | 35·0 | 1·28 | 38·1 | 1·58 | 41·2 | 1·89 |
| 28·9 | 0·73 | 32·0 | 1·01 | 35·1 | 1·29 | 38·2 | 1·59 | 41·3 | 1·90 |
| 29·0 | 0·74 | 32·1 | 1·02 | 35·2 | 1·30 | 38·3 | 1·60 | 41·4 | 1·91 |
| 29·1 | 0·75 | 32·2 | 1·02 | 35·3 | 1·31 | 38·4 | 1·61 | 41·5 | 1·92 |
| 29·2 | 0·76 | 32·3 | 1·04 | 35·4 | 1·32 | 38·5 | 1·62 | 41·6 | 1·93 |
| 29·3 | 0·77 | 32·4 | 1·05 | 35·5 | 1·33 | 38·6 | 1·63 | 41·7 | 1·94 |
| 29·4 | 0·78 | 32·5 | 1·05 | 35·6 | 1·33 | 38·7 | 1·64 | 41·8 | 1·95 |
| 29·5 | 0·79 | 32·6 | 1·06 | 35·7 | 1·34 | 38·8 | 1·65 | 41·9 | 1·96 |
| 29·6 | 0·80 | 32·7 | 1·07 | 35·8 | 1·35 | 38·9 | 1·66 | 42·0 | 1·97 |
| 29·7 | 0·80 | 32·8 | 1·08 | 35·9 | 1·36 | 39·0 | 1·67 | 42·1 | 1·98 |
| 29·8 | 0·81 | 32·9 | 1·09 | 36·0 | 1·37 | 39·1 | 1·68 | 42·2 | 1·99 |
| 29·9 | 0·82 | 33·0 | 1·10 | 36·1 | 1·38 | 39·2 | 1·69 | 42·3 | 2·00 |
| 30·0 | 0·83 | 33·1 | 1·11 | 36·2 | 1·39 | 39·3 | 1·70 | 42·4 | 2·01 |
| 30·1 | 0·84 | 33·2 | 1·12 | 36·3 | 1·40 | 39·4 | 1·71 | 42·5 | 2·02 |
| 30·2 | 0·85 | 33·3 | 1·13 | 36·4 | 1·41 | 39·5 | 1·72 | 42·6 | 2·03 |
| 30·3 | 0·86 | 33·4 | 1·14 | 36·5 | 1·42 | 39·6 | 1·73 | 42·7 | 2·04 |
| 30·4 | 0·87 | 33·5 | 1·15 | 36·6 | 1·43 | 39·7 | 1·74 | 42·8 | 2·05 |
| 30·5 | 0·88 | 33·6 | 1 15 | 36·7 | 1·44 | 39·8 | 1·75 | 42·9 | 2·06 |
| 30·6 | 0·88 | 33·7 | 1·16 | 36·8 | 1·45 | 39·9 | 1·76 | 43·0 | 2·07 |

## V. Bestimmung des Milchzuckers.

Zu dieser Bestimmung müssen die Eiweiss-Substanzen aus der Milch entfernt werden; das Filtrat der Kupfersulfat-Laugefällung ist daher zur Milchzucker-Bestimmung vollkommen geeignet, da in der Lösung keinerlei störende Substanzen enthalten sind.

Das Filtrat wird auf 200 *cm*³ gebracht, hievon 100 (ca. 0·2% Zucker enthaltend) genommen und mit 50 Fehling'scher Lösung in einer Porzellanschale vermischt.

Die Fehling'sche Lösung setzt sich aus folgenden zu gleichen Theilen gemischten Lösungen zusammen:

1. Kupfersulfatlösung: 103·92 *g* umkrystallisierter, zwis Filtrierpapier getrockneter Kupfervitriol wird zu 1000 *cm*³ ge

2. Seignettesalzlösung, 320 *g* Seignettesalz im *l* enthalt

3. Natronlauge von dem specifischen Gewichte (ungefähr 150 *g* Ätznatron im Liter).

Das Milchfiltrat und die Fehling'sche Lösung werden dem Mischen in der Porzellanschale 6—7 Minuten lang gek

Der entstandene Niederschlag von Kupferoxydul wird, bei den Zuckerarten (I. Abschnitt) besprochen wurde, w behandelt. Die Berechnung des Milchzuckers aus dem gewog metallischen Kupfer oder aus dem Schwefelkupfer erfolgt der von E. Pfeiffer*) berechneten Tabelle (Tabelle Nr. XXX Zur Berechnung des Milchzuckers kann man sich auch bereits früher angeführten Tabelle von E. Wein bedienen.

## Tabelle Nr. XXXIV.

| *g* Schwefelkupfer | *g* Kupfer | *g* Milchzucker |
|---|---|---|
| 0·4919 | 0·3927 | 0·300 |
| 0·4846 | 0·3869 | 0·295 |
| 0·4773 | 0·3811 | 0·290 |
| 0·4700 | 0·3752 | 0·285 |
| 0·4627 | 0·3694 | 0·280 |
| 0·4554 | 0·3636 | 0·275 |
| 0·4477 | 0·3575 | 0·270 |
| 0·4401 | 0·3513 | 0·265 |
| 0·4324 | 0·3452 | 0·260 |
| 0·4248 | 0·3391 | 0·255 |
| 0·4167 | 0·3330 | 0·250 |
| 0·4087 | 0·3266 | 0·245 |
| 0·4005 | 0·3201 | 0·240 |
| 0·3925 | 0·3137 | 0·235 |

*) Die Analyse der Milch, S. 56.

| g Schwefelkupfer | g Kupfer | g Milchzucker |
|---|---|---|
| 0·3844 | 0·3072 | 0·230 |
| 0·3764 | 0·3008 | 0·225 |
| 0·3683 | 0·2944 | 0·220 |
| 0·3602 | 0·2879 | 0·215 |
| 0·3522 | 0·2815 | 0·210 |
| 0·3441 | 0·2750 | 0·205 |
| 0·3360 | 0·2686 | 0·200 |
| 0·3280 | 0·2621 | 0·195 |
| 0·3199 | 0·2557 | 0·190 |
| 0·3118 | 0·2493 | 0·185 |
| 0·3037 | 0·2428 | 0·180 |
| 0·2957 | 0·2364 | 0·175 |
| 0·2876 | 0·2300 | 0·170 |
| 0·2795 | 0·2235 | 0·165 |
| 0·2715 | 0·2171 | 0·160 |
| 0·2634 | 0·2106 | 0·155 |
| 0·2553 | 0·2040 | 0·150 |
| 0·2472 | 0·1975 | 0·145 |
| 0·2390 | 0·1910 | 0·140 |
| 0·2308 | 0·1844 | 0·135 |
| 0·2229 | 0·1779 | 0·130 |
| 0·2147 | 0·1714 | 0·125 |
| 0·2064 | 0·1648 | 0·120 |
| 0·1981 | 0·1581 | 0·115 |
| 0·1899 | 0·1515 | 0·110 |
| 0·1816 | 0·1449 | 0·105 |
| 0·1733 | 0·1383 | 0·100 |

## B. Allgemeines über Fett- und Wachs-Analyse.

Erst seit kurzer Zeit wird die Analyse der Fette in der chemischen Technologie auf wissenschaftliche Forschungen gestützt, durchgeführt und hat das Buch Dr. R. Benedikt's „Analyse der Fette und Wachsarten“ wesentlich zur Verallgemeinerung der einschlägigen Methoden beigetragen.

In Kürze sollen hier die wichtigsten Bestimmungen, die bei der Analyse der Fette und Wachse durchzuführen sind, besprochen werden.

## I. Bestimmung des specifischen Gewichtes.

Bei Ölen wird das specifische Gewicht mit einem (bereits beschriebenen) Pyknometer oder mittelst eines Aræometers bei 15° C ermittelt. — Für Fette, die bei 15° C. eine butterartige Consistenz besitzen, wird am besten ein besonderes, sogenanntes Fett-Pyknometer (*Fig. 23*) angewendet. Der Hals (*H*) des Pyknometers besitzt eine Verstärkung (*V*) mit abgeschliffenem Rande, auf welchen eine runde, matt zugeschliffene Glasplatte passt. Zur Ermittlung des Wassergewichtes wird das Pyknometer so weit mit destilliertem Wasser gefüllt, dass die convexe Oberfläche des letzteren über den Pyknometerrand herausragt, und in Wasser von 15° C. eingestellt, hierauf (nach 10—15 Minuten) wird mit der mattgeschliffenen Glasplatte abgestrichen, das Pyknometer mit einem Leinwandlappen abgetrocknet und gewogen.

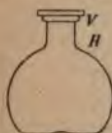


*Fig. 23.*

Das entleerte, getrocknete Pyknometer wird dann zur Bestimmung des Fettgewichtes mit dem geschmolzenen Fette gefüllt. Da sich jedoch die Fette nach dem Erstarren zusammenziehen und eine concave Oberfläche bilden, so wird nach dem Abkühlen immer mit flüssigerem Fett nachgefüllt, so dass selbst nach dem vollkommenen Abkühlen auf 15° C. noch immer Fett über den oberen Rand hinausragt. Da man immer geschmolzenes Fett einfüllt, so kann man sehr gut beobachten, ob sich Luftblasen bilden, und kann dieselben durch Einstellen in heisses Wasser ausbreiten. Das bis über den Rand gefüllte Pyknometer wird wieder in Wasser von 15° C. eingestellt, nach 15 Minuten mit der Platte abgestrichen, die eventuell anhängenden Fettmassen mittelst eines mit Ätheralkohol durchtränkten Leinwandlappens weggewischt und das Pyknometer hierauf gewogen.

Durch Abziehen des Pyknometergewichtes von den beiden früher ermittelten Gewichten erhält man für technische Zwecke mit genügender Genauigkeit die Gewichte gleicher Volumina Wasser und Fett, durch Division der jetzt erhaltenen Zahlen bekanntlich die Dichte des Fettes.

Liegen Fette, die bei gewöhnlicher Zimmertemperatur eine grössere Consistenz besitzen, oder liegt Wachs, Paraffin etc.

zur Dichtenbestimmung vor, dann ist mit grossem Vortheile nachfolgender Weg einzuschlagen:

Man stellt mit der Hand oder mit einer Form aus dem Fette, Wachse, Harze etc. Stängelchen her von ungefähr solchem Aussehen wie Silbernitrat- oder Ätzkali-Stängelchen. In die geschlossene und an einem Ende zugeklebte Form wird das geschmolzene Wachs eingegossen und hierauf wird dasselbe erstarren gelassen; öffnet man die Form an der Seite, so erhält man ein längeres Stängelchen Wachs, das man in mehrere Theile zerschneiden kann. Die eventuellen Unebenheiten schafft man durch leichtes Hin- und Herwalzen der Stängelchen auf einer Glasplatte fort. Mehrere solcher Stängelchen werden gewogen, ihr Gewicht sei $g$, hierauf werden dieselben mit einem Pinsel mit destilliertem Wasser bestrichen; dies hat den Zweck, dass sich beim Hineinbringen der Stängelchen ins Wasser keine Luftbläschen an dieselben ansetzen können. Nun bringt man diese benetzten Wachsstängelchen in ein gewöhnliches Pyknometer, von dem man bloss die Summe des Pyknometergewichtes und des darin enthaltenen Wassers bei 15° C. zu wissen braucht ($w$), füllt mit destilliertem Wasser auf, stellt auf 15° C. ein und wiegt aus; dieses Gewicht sei $g'$.

Aus diesen Zahlen lässt sich der Gewichtsverlust des Wachses im Wasser und die Dichte ($d$) rechnen:

$$g + w - g' = v;$$

$$d = \frac{g}{v}.$$

## II. Bestimmung der Consistenz.

Die sogenannte Viscosität wird vergleichend zumeist nur bei den Ölen (Schmierölen) bestimmt, und zwar mit einem Viscosimeter.

Die Viscosimeter (siehe Malzuntersuchung) sind dem Wesen nach Apparate, bei welchen unter möglichst gleichen Umständen Flüssigkeiten gleicher Capacität zum Ausfliessen gelangen.

Zunächst wird bestimmt, welche Zeit erforderlich ist zum Abfliessen des bestimmten Volums Wasser bei 15° C.; hierauf wird der Versuch mit dem Öle wiederholt und abermals die Zeit beobachtet.

Die specifische Viscosität oder der Viscositätsgrad des Öles wird dann gefunden, wenn man die Auslaufzeit des Öles durch die des Wassers dividiert.

Nicht mit jedem Apparate erhält man allgemein vergleichbare Zahlen, da die Auslaufzeit von der Form des Gefässes, Höhe des Flüssigkeits-Niveaus, der Weite der Ausflussöffnung, der Temperatur etc. abhängig erscheint.

Genaue Resultate werden mit dem Engler'schen Viscosimeter*) erhalten.

## III. Bestimmung des Schmelz- und des Erstarrungs-Punktes.

Eine der besten Schmelzpunkt-Bestimmungsmethoden ist die von Pohl.**)

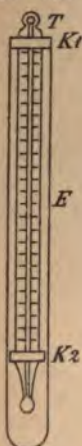


*Fig. 24.*

Die Kugel des Thermometers $T$ (*Fig. 24*) wird in das bis zu seinem Schmelzpunkt erhitzte Fett getaucht, rasch herausgenommen und unter continuierlichem Drehen des Thermometers das Fett erstarren gelassen; das Drehen hat den Zweck, dass sich das Fett nicht an einer Stelle dicker anlege, als an den andern. Hierauf wird das Thermometer so lange ruhig liegen gelassen, bis das Fett vollkommen erkaltet ist; dann erscheint die Thermometerkugel durch die sehr dünne Fettschichte ganz matt.

Nun wird das von Grad zu Grad getheilte Thermometer in eine Eprouvette $E$ von mindestens 24 *mm* Weite gebracht und durch einen Kork $K_1$ befestigt; die Kugel des Thermometers soll 2 *cm* vom Boden der Eprouvette abstehen.

Der ganze Apparat wird mittelst einer Klemme an einem Träger derart befestigt, dass der Boden der Eprouvette ungefähr 5 *cm* von dem Schutzbleche, unter welchem sich ein Brenner befindet, absteht.

Es wird nun so lange erhitzt, bis sich die Kugel klar zeigt, doch ist das noch nicht der Schmelzpunkt, da die meisten Fette erst durchsichtig werden, bevor sie schmelzen; erst bis das Fett zu einem Tröpfchen zusammenzufliessen beginnt, wird die Temperatur abgelesen.

Als Erstarrungspunkt, der immer etwas niedriger ist als der Schmelzpunkt, wird die Thermometeranzeige bei Beginn des Trübwerdens des Fetttröpfchens genommen.

---

*) Benedikt, Analyse der Fette und Wachsarten, S. 47.

**) Wiener Akademie-Berichte, 6, 587.

Es ist zu bemerken, dass nach dem Schmelzen des Fettes die Temperatur immer selbst nach Entfernung der Flamme und des Schutzbleches um einige Grade steigt.

Der Erstarrungspunkt der Öle wird derartig ermittelt, dass man dasselbe in eine dünnwandige Eprouvette mit eingefügtem Thermometer bringt und die Eprouvette sammt Öl in eine Kältemischung stellt.

## IV. Bestimmung der Hehner'schen Zahl.*)

Die Hehner'sche Zahl gibt an, wie viele Procente an unlöslichen Fettsäuren in einem Fette enthalten sind.

Man bringt 3—4 *g* filtriertes Fett in eine Porzellanschale.

Man fügt nun zu dem Fette 50 $cm^3$ Alkohol und ein 1—2 *g* wiegendes Stückchen reines Ätzkali. Der Alkohol wird auf dem Wasserbade erwärmt, wobei sich das Fett, besonders beim Umrühren mit einem Glasstabe, mit Leichtigkeit löst. Man erwärmt ungefähr 10 Minuten lang und fügt sodann tropfenweise destilliertes Wasser zu; bildet sich hiedurch keine Trübung, so ist die Verseifung vollendet und man kann die klare Seifenlösung zur Entfernung des Alkohols auf dem Wasserbade bis zur Syrupconsistenz eindampfen, sodann wird der Rückstand in etwa 100—150 $cm^3$ Wasser gelöst. Zu der klaren Flüssigkeit fügt man zur Zersetzung der Seife verdünnte Salz- oder Schwefelsäure bis zur stark sauren Reaction.

Hierdurch scheiden sich die unlöslichen Fettsäuren als käsige Masse ab, welche zum grössten Theile rasch zur Oberfläche steigt. Das Erhitzen wird eine halbe Stunde lang fortgesetzt, bis die Fettsäuren zu einem klaren Öle geschmolzen sind und die saure wässerige Flüssigkeit sich fast völlig geklärt hat. Mittlerweile hat man ein Filter von 10—12 *cm* im Durchmesser vom dichtesten schwedischen Filtrierpapier bei 100° C. getrocknet und in einem Wägefläschchen gewogen.

Das gewogene Filter wird dicht in einen Trichter angelegt, gehörig befeuchtet und halb mit Wasser gefüllt; dann giesst man aus der Schale die wässerige Flüssigkeit und das geschmolzene Fett auf und wäscht die Schale und den Glasstab mit siedend heissem Wasser.

Es hat keine Schwierigkeit, alles Fett auf das Filter zu bringen, so dass die Schale nicht mehr fettig erscheint. Zur

*) Zeitschrift für analyt. Chemie, 16, 145.

Beruhigung kann man sie aber mit Äther waschen und die so erhaltene Flüssigkeit nachher zu den Fettsäuren fügen. Gewöhnlich beträgt jedoch die mit Äther ausgezogene Fettmenge weniger als 1 *mg*.

Die Fettsäuren werden auf dem Filter mit kochendem Wasser auf das sorgfältigste gewaschen. Man füllt den Trichter nie mehr als bis zu zwei Dritteln voll. Wenn das Filtrat nicht mehr sauer reagiert (3 *g* Fett gebrauchen gewöhnlich $^3/_4$ Liter kochendes Wasser), lässt man alles Wasser abtropfen und taucht den Trichter in ein mit kaltem Wasser gefülltes Becherglas, so dass der Spiegel der Flüssigkeit innen und aussen annähernd derselbe ist. Sobald die Fettsäuren erstarrt sind, wird das Filter aus dem Trichter herausgenommen, in das gewogene Wägefläschchen gebracht und im Wasserbade bis zu constantem Gewichte getrocknet (2—3 Stunden). Gewichtsconstanz ist nie zu erreichen, weil sich geringe Mengen von Fettsäuren verflüchtigen und da die Ölsäuren sich oxydieren.

Weit rascher und viel genauer kommt man zum Ziele, wenn man die gewaschenen unlöslichen Fettsäuren in Alkoholäther auflöst, das Filter und den Trichter mit Äther nachspült, die Lösung der Fettsäuren in ein früher gewogenes Wägefläschchen bringt, das Lösungsmittel auf dem Wasserbade verdampft und, nachdem man eine halbe Stunde bei 100° C. erhitzt hat, auswiegt.

Wenn man auf diese Art verfährt, so wird das etwa den Fettsäuren anhängende und eingeschlossene Wasser viel leichter und rascher, als früher besprochen wurde, ausgetrieben; ferner stellt man sich hiedurch von den Ungenauigkeiten einer Filterwägung völlig unabhängig. Bei den meisten Fetten und Ölen liegt die Hehner'sche Zahl zwischen 95—97.

Butterfett, Cocosfett und Palmkerneröl haben eine Hehner'sche Zahl, die um 87 herum liegt.

Da die aus den Fetten abgeschiedenen unlöslichen Fettsäuren sehr häufig denselben Untersuchungen als die Fette selbst unterworfen werden, so können die unlöslichen Fettsäuren sofort nach dem Wägen diesem Zwecke zugeführt werden.

### V. Bestimmung der Reichert-Meissl'schen Zahl.*)

Diese Zahl gibt an, wie viele Cubik-Centimeter $\frac{1}{10}$-Normallauge zur Neutralisation der in einem Fette enthaltenen

*) Zeitschr. f. analyt. Chemie, 18, 68, u. Dingler's Polyt. Journ., 233, 229.

flüchtigen Fettsäuren, bezogen auf 2·5 *g* Fett (nach Reichert) oder auf 5 *g* (nach Meissl), enthalten sind.

Es werden 5 *g* geschmolzenes und filtriertes Fett in ein Erlenmeyer'sches Kölbchen gebracht, dazu ungefähr 2 *g* festes Ätzkali hinzugefügt und nun wird unter Zusatz von 50 $cm^3$ 70procentigen Alkohols auf dem Wasserbade verseift, der Alkohol verjagt, die breiartige Seife in 100 $cm^3$ Wasser gelöst und die Seife hierauf mit 40 $cm^3$ Schwefelsäure (1·10) zerlegt. In den Kolben bringt man einige kleine Stücke Bimsstein und destilliert mit Benützung eines Liebig'schen Kühlers; es ist gut, um ein Überspritzen von Schwefelsäure zu vermeiden, eine Kugelröhre mit weiter Öffnung — wie bei der Bestimmung des Siedepunktes — anzuwenden. Anstatt der Bimssteinstücke, die ein Stossen der Flüssigkeit vermeiden sollen, kann man mit gutem Erfolge einen schwachen Luftstrom, den man durch die zu destillierende Flüssigkeit leitet, anwenden. Das Destillat fängt man in einem Kölbchen auf, in dessen Hals ein Trichterchen mit befeuchtetem Filter gesteckt wurde, was den Zweck hat, die geringen Mengen der mitüberdestillierten festen Fettsäuren zurückzuhalten. Sobald 110 $cm^3$ abdestilliert sind, wird unter Zusatz von Phenolphthaleïn als Indicator mit $\frac{1}{10}$ — Normallauge titriert und die Anzahl der erhaltenen $cm^3$ nach Meissl auf 5 *g* bezogen.

Nach E. Salkowski*) darf man keineswegs annehmen, dass man wirklich alle flüchtigen Säuren abdestilliert hat, wenn man die vorgeschriebenen 110 $cm^3$ Destillat erreicht hat.

Die letzten Tropfen des Destillates reagieren noch stark sauer, und wenn man nach Beendigung des Versuches aufs neue Wasser in den Kolben giesst und abermals 110 $cm^3$ abdestilliert, so erhält man noch ein nicht unbeträchtliches Plus: bei Butterfett circa 1·8 $cm^3$ $\frac{1}{10}$ — Normal-Natronlauge.

Für die Berechnung kommt bei diesen minimalen Werten in Betracht, dass für 100 $cm^3$ destilliertes Wasser, mit einer Spur Rosolsäure oder Phenolphthaleïn versetzt, 0·2 $cm^3$ $\frac{1}{10}$ — Normal-Natronlauge bis zur dauernden Rothfärbung erforderlich sind, weshalb dieser Wert überall abzuziehen ist.

*) Zeitschrift für analyt. Chemie, 26, 562.

## VI. Bestimmung der Köttstorfer'schen Zahl*) und der Säurezahl.

Die Köttstorfersche Zahl drückt aus, wie viele Milligramme Kalihydrat zur vollständigen Verseifung von 1 *g* Fett erforderlich sind.

Zur Durchführung dieser Bestimmung ist eine titrierte Salzsäure (circa — $^1/_{10}$ Normal) und alkoholische Kalilauge erforderlich, welch letztere durch Auflösen von reinem Ätzkali in möglichst wenig Wasser und Verdünnen mit fuselfreiem Alkohol erhalten wird; ist die Lösung trüb, dann wird sie über Baumwolle oder Asbest filtriert.

Da sich der Titer der alkoholischen Kalilauge continuierlich ändert und auch die Temperatur einen grossen Einfluss auf den Gehalt der Lösung ausübt, so muss man sich hievon unabhängig zu stellen suchen, indem man zu jedem Versuche, den man durchführt, den Titer aufs neue stellt. Nach Benedikt bringt man die alkoholische Kalilauge in eine 1—$1^1/_2$ Liter fassende Flasche, in deren Hals man einen Kautschukpfropfen mit einer 25 *cm*$^3$ Pipette steckt. Am oberen Ende der Pipette ist ein Kautschukschlauch angebracht, der mit einem Quetschhahn verschlossen wird.

Um sowohl zur Verseifung als auch zur Titerstellung stets genau die gleiche Flüssigkeitsmenge zu nehmen, muss die Pipette bei jedem Versuche in derselben Weise entleert werden, was am leichtesten erreicht wird, wenn man nach dem Auslaufen des Flüssigkeitsstrahles immer dieselbe Anzahl Tropfen nachlaufen lässt.

Zur Verseifung wird ungefähr 1 *g* in einem Kolben gewogen, mit 25 *cm*$^3$ der titrierten alkoholischen Kalilauge zusammengebracht; der Kolben ist, um die allzurasche Verdampfung bei der Erwärmung auf dem Wasserbade zu verhindern, mit einem Trichterchen oder einem Uhrglase zu verschliessen. Bei dem Erwärmen auf dem Wasserbade schmilzt das Fett, löst sich zum Theile im eventuell noch zugesetzten Alkohole und verseift sich; man trachtet die Verseifung durch öfteres Schwenken des Kolbens zu beschleunigen. Ist die Verseifung vollständig gelungen und sind keine unverseifbaren Substanzen vorhanden, so dürfen sich keine Fettröpfchen mehr zeigen, auch darf beim Hinzufügen geringer Mengen destillierten Wassers keine Trübung entstehen.

*) Zeitschrift für analyt. Chemie, 18, 199.

Jetzt wird nach Zusatz von einigen Tropfen alkoholischer Phenolphthaleïn-Lösung (1—0·5 *g* im *l*) das bei der Verseifung an Fettsäuren nicht gebundene Ätzkali mit Salzsäure zurücktitriert. Die Differenz zwischen der angewandten und der durch Zurücktitrieren gefundenen Anzahl Milligramme Kalihydrat wird auf 1 *g* Fett umgerechnet; das Resultat ist die Köttstorfer'sche Zahl.

Die Säurezahl gibt an, wie viele Milligramme Ätzkali zur Neutralisation der freien Fettsäuren eines Grammes irgend eines Fettes, Wachses etc. erforderlich sind. Die einfachste und genaueste Bestimmung der Säurezahl wird nach Salkowski*) durchgeführt. Das zu untersuchende Öl, Fett, Wachs wird in genau neutralisierter phenolphthaleïnhältiger Äther-Alkoholmischung gelöst und mit $\frac{1}{10}$ — Normal-Alkalilauge titriert; die Anzahl der verbrauchten Milligramme Kaliumhydroxyd, auf 1 *g* Substanz berechnet, gibt die Säurezahl.

Wird Bienenwachs verseift, so wird eine bestimmte Menge Ätzkali zur Neutralisation der Cerotinsäure verbraucht; diese Menge Kaliumhydroxyd auf 1 *g* Wachs bezogen ist die Säurezahl (*s*) desselben, eine weitere Quantität Kalihydrat wird zur Zerlegung von 1 *g* des Myricins (Palmitinsäure — Myricyläther) verbraucht. Die Anzahl Milligramme Kaliumhydroxyd gibt die Ätherzahl (*a*). Die Summe beider ergibt die Verseifungszahl. Das Verhältnis der Äther- zur Säurezahl nennt man Verhältniszahl (*v*).

| | *s* | *a* | *v* |
|---|---|---|---|
| Bei reinem Bienenwachs ist . . . | 20 | 75 | 3·75 |
| Carnaubawachs . . . . | 4 | 75 | 44 |
| Japanwachs . . . . . | 20 | 200 | 10 |

Die Köttstorfer'sche Zahl kann bei Fetten, welche freie Fettsäuren enthalten, auch als die Summe der „Säurezahl“ und der „Ätherzahl“ betrachtet werden.

## VII. Bestimmung der Hübl'schen Jodzahl.**)

Die Säuren der Reihe $Cn\ H_{2n-2}\ O_2$, $Cn\ H_{2n-4}\ O_2$ und $Cn\ H_{2n-2}\ O_3$, die als Glyceride in den Fetten und Ölen vorkommen, haben das Vermögen, als sogenannte ungesättigte Säuren 2, 4 Atome *H*, *Cl*, *Br* oder *J* nicht nur als Säuren,

*) Chem.-Ztg. Repert. 1887, 11, 268.
**) Dingler's Polyt. Journal, 253, 281.

sondern auch als Glyceride aufzunehmen, um in die Reihe $Cn\ H_{2n}\ O_2$ oder in deren Substitutionsproducte überzugehen.

Die Hübl'sche Jodzahl gibt an, wie viel Jod für die genannten Säuren irgend eines Öles verbraucht wurde und wird in Procenten desselben ausgedrückt.

Zur Durchführung dieser Bestimmung benöthigt man:

1. Eine Jodlösung; dieselbe ist ein Gemenge von zwei Lösungen, und zwar einer Auflösung von 25 *g* Jod in 500 $cm^3$ 95procentigem fuselfreiem Alkohol und einer Lösung von 30 *g* Quecksilberchlorid in 500 $cm^3$ Alkohol. Sollten die Lösungen trübe sein, so sind dieselben noch vor dem Abmischen zu filtrieren. Die Abmischung ist erst nach einem Tage zu verwenden, da sich der Titer anfangs rasch ändert; überhaupt ist vor jeder Versuchsreihe der Titer nachzucontrolieren.

2. Eine Natriumhyposulfit- (Unterschwefligsäure-Natron-) Lösung.

24 *g* Natriumhyposulfit werden in 1000 $cm^3$ gelöst und eventuell filtriert.

Um den Titer dieser Lösung festzustellen, kann auf zweierlei Arten verfahren werden:

### *a) Mittelst Jod.**)

Aus einem mit gut eingeriebenem Stöpsel versehenen Wägefläschchen bringt man rasch hintereinander durch Zurückwägung Proben von etwa 0·2 *g* Jod, das durch Sublimation gereinigt wurde, in Stöpselflaschen, in welchen sich 1 *g* Jodkalium in 10 $cm^3$ Wasser befindet. Sobald sich das Jod gelöst hat, lässt man so viel von der Hyposulfit-Lösung, deren Titer man bestimmen will, aus einer Bürette zufliessen, bis die Flüssigkeit nur noch schwach gelb gefärbt erscheint, setzt etwas Jodzinkstärke-Lösung hinzu und lässt unter jeweiligem kräftigen Umschütteln noch so viel Hyposulfit-Lösung vorsichtig zufliessen, bis der letzte Tropfen die Blaufärbung der Flüssigkeit eben zum Verschwinden bringt.

### *b) Nach Volhard.*

Diese Methode beruht darauf, dass Kaliumbichromat in salz- oder schwefelsaurer Lösung aus Jodkalium-Lösung Jod infolge der oxydierenden Wirkung der Chromsäure frei macht;

*) Benedikt, Analyse der Fette, S. 76.

ieses wird mit der Thiosulfat-Lösung titriert. Das $K_2 Cr_2 O_7$ at 3 Atome Sauerstoff disponibel, diese sind 6 $J$ äquivalent.

Zur Durchführung wird Kaliumbichromat in einer Platinchale geschmolzen und nach dem Erkalten pulverisiert. Von em Kaliumbichromat wird eine Menge genau abgewogen und f ein bestimmtes Volumen gebracht (am besten 3·8740 *g* $_2Cr_2 O_7$, in 1 *l* Wasser, da bei dieser Concentration jeder $^3$ Bichromat-Lösung 0·01 *g* Jod frei macht).

Es werden in einer Flasche mit gut eingeriebenem Stöpsel ) $cm^3$ der Jodkalium-Lösung (10 *g* $KJ$ zu 100 $cm^3$ Wasser) t 5 $cm^3$ Salzsäure und 20 $cm^3$ der Kaliumbichromat-Lösung sammengebracht, hierauf wird der Stöpsel eingefügt und t an den Hals der Flasche angebunden. Nun wird die Flasche mmt Inhalt in dem Wasserbade solange erwärmt, bis das d ausgeschieden ist, nach dem Erkalten setzt man Alkohol und lässt aus einer Bürette so lange Natriumhyposulfit-Lösung, ren Wirksamkeit ermittelt werden soll, zufliessen, bis die üssigkeit nur mehr gelblich erscheint; hierauf werden einige opfen Jodzinkstärke-Lösung und tropfenweise Hyposulfit-Lösung lange hinzugefügt, bis der Inhalt der Flasche nach dem hütteln die Blaufärbung verloren hat.

Zur Bestimmung der Jodzahl der Fette und Öle nimmt man n den trocknenden Ölen 0·2—0·3 *g*, von den nicht trocknenden en 0·3—0·4 *g* und von den festen Fetten 0·8—1·0 *g*, und ar deshalb, weil die trocknenden Öle die Fettsäuren der inöl- und Ricinusölsäure enthalten. Die Glyceride dieser uren erfordern 12 Atome Jod zu ihrer Absättigung, während e nicht trocknenden Öle meist nur Ölsäure (neben den gettigten Fettsäuren) enthalten, deren Glyceride nur 6 Atome d benöthigen.

Die festen Fette enthalten verhältnismässig nur wenig gesättigte Säuren. Die abgewogene Substanz wird in eine töpselflasche gebracht, in circa 10 $cm^3$ Chloroform gelöst, it 25 $cm^3$ der vor jeder Versuchsreihe mit der Natriumyposulfit-Lösung titrierten Jodquecksilber-Lösung versetzt und räftig von Zeit zu Zeit geschüttelt. Selbst nach $1^1/_2$—2 Stunden uss die Lösung noch braun erscheinen, da das Jod im Überchusse sein muss, um constante Zahlen zu erhalten.

Nach mindestens 2 Stunden kann man annehmen, dass ie Reaction vorüber ist, und nun wird das überschüssige Jod, achdem man 10—15 $cm^3$ der Jodkalium-Lösung und 150 $cm^3$ Vasser hinzugefügt hat, mittelst der Natriumhyposulfit-Lösung nter Einhaltung der bereits genannten Umstände titriert.

Das aufgenommene Jod wird in Procenten der zur Untersuchung genommenen Fettmenge ausgedrückt.

Aus der Jodzahl lässt sich nur dann die Menge des Oleïn oder der Ölsäure berechnen, wenn keine anderen ungesättigten Säuren vorhanden sind. Und zwar findet man nach v. Hübl den Oleïngehalt $O$ und den Ölsäuregehalt $E$ aus der Jodzahl des Fettes $i$ mit Benützung der Gleichungen:

$$O = 1{\cdot}1601\, i; \qquad E = 1{\cdot}1102\, i.$$

Werden nach dem Vorschlage L. Mayer's*) die abgeschiedenen Fettsäuren jodiert und ist $i'$ deren Jodzahl, so ist ihr Ölsäuregehalt:

$$E' = 1{\cdot}1102\, i'.$$

Die Jodzahl des Oleïns ist 86·2 und die der reinen Ölsäure 90·07.

## VIII. Bestimmung der Acetylzahl.

Von R. Benedikt und F. Ulzer.**)

Unter Acetylzahl versteht man die Anzahl *mg* Kaliumhydroxyd bezogen auf 1 *g* Fettsäuren, welche erhalten werden, wenn man die acetylierten Fettsäuren verseift, deren Säurezahl sucht und die Säurezahl von der Verseifungszahl abzieht.

Mit Hilfe dieser Zahl kann man erkennen, ob ein Fett Oxyfettsäuren enthält, und wenn die Natur der Oxysäure bekannt ist, lässt sich auch die Menge dieser Säure nach den Verfassern genau berechnen.

Auch ist durch diese Methode eine Zahlenreihe mehr zur Beurtheilung der Fette geschaffen worden.

Die Methode ist nach Benedikt und Ulzer wie folgt durchzuführen:

100 *g* des Öles werden mit 70 *g* in 50 $cm^3$ Wasser gelösten Kalihydrates und 150 $cm^3$ starken Weingeistes bis zur vollständigen Verseifung am Rückflusskühler gekocht. Der Kolbeninhalt wird in eine geräumige Schale ausgegossen, mit einem Liter Wasser verdünnt, mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert und so lange gekocht, bis die Fettsäuren als vollkommen klare Schichte obenauf schwimmen und der Alkohol vertrieben ist. Die Fettsäureschichte wird noch zweimal mit Wasser ausgekocht, dann durch Abhebern oder mittelst des

*) Chem.-Ztg., 8, 93.
**) Wiener Akad.-Ber., Bd. XCV., 1887.

cheidetrichters vom Wasser getrennt und in ein kleines echerglas gegossen, aus welchem sie nach dem völligen Abtzen des Wassers im Lufttrockenkasten bei einer ihren chmelzpunkt um 20—30° C. übersteigenden Temperatur auf n trockenes Filter gegossen werden.

50 *g* der Fettsäure werden sodann mit 40 *g* Essigsäurehydrid zwei Stunden in einem Kölbchen mit Rückflussrohr kocht, die Mischung in ein hohes Becherglas von einem ter Inhalt entleert, mit 500—600 $cm^3$ heissen Wassers überssen und gekocht. Um ein Stossen der Flüssigkeit zu vereiden, leitet man durch ein nahe am Boden des Bechers ündendes Capillarrohr einen langsamen Kohlensäurestrom ein. ach einiger Zeit hebert man das Wasser ab und kocht noch eimal mit der gleichen Wassermenge aus. Dann ist, wie man ch durch Prüfung mit Lackmuspapier überzeugen kann, alle ssigsäure entfernt. Endlich filtriert man die acetylierten uren im Luftbade durch ein trockenes Filter und wiegt -5 *g* zur Bestimmung der Säurezahl, 2—3 *g* zur Bestimmung r Verseifungszahl ab. Bei Ricinusöl wird man zweckmässig e doppelte Menge alkoholischer Kalilauge (30 *g* Kalihydrat f 1 Liter), also 50 $cm^3$ zur Verseifung verwenden.

## IX. Bestimmung des Glycerins.

### 1. Nach Zulkowsky.*)

Diese Methode gibt genaue Resultate, wenn kein wachstiger Körper zur Untersuchung vorliegt.

Bei der Verseifung eines Neutralfettes mit Kalilauge erden 1 Molecül Fett und 3 Molecüle Kalihydrat verbraucht, n 1 Molecül Glycerin frei zu machen; somit entspricht 1 *g* alihydrat 0·5470 *g* Glycerin.

Es ist jedoch erforderlich, die Menge Kalihydrat zu ennen, die zur Neutralisation der eventuell vorhandenen eien Fettsäuren nöthig ist.

Ist $v$ die Verseifungs- und $s$ die Säurezahl des trockenen, ltrierten Fettes, so kann man aus diesen beiden Zahlen den rocentgehalt an Glycerin ($G$) wie folgt berechnen:

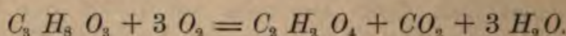
$$G = (v - s)\, 54{\cdot}7.$$

*) D. chem. Ges. Ber., 1883, 16, 1140, 1315.

2. Nach Benedikt und Zsigmondy.*)

Diese Methode gründet sich auf das von Fox**) angegebene Princip; sie ermöglicht, das Glycerin in sehr verdünnten Lösungen (bis 1 : 2000) und in Substanzen, die ausser Neutralfetten Verbindungen der höheren Alkohole (Myricylalkohol etc.) enthalten, zu bestimmen.

Das Verfahren basiert auf der Oxydation des Glycerins mit Permanganat in stark alkalischer Lösung bei gewöhnlicher Temperatur zu Oxalsäure und Kohlensäure:



$$C_3\, H_8\, O_3 + 3\; O_2 = C_2\, H_2\, O_4 + CO_2 + 3\; H_2O.$$

Zur Ermittlung der Glycerinmenge, welche aus Fetten gewonnen werden kann, verfahren Benedikt und Zsigmondy in folgender Weise:

Das Fett wird mit Kalihydrat und reinem Methylalkohol verseift, der Alkohol durch Abdampfen verjagt, der Rückstand in heissem Wasser gelöst und die Seife mit verdünnter Salzsäure zersetzt. Dann erwärmt man, bis sich die Fettsäuren klar abgeschieden haben. Bei flüssigen Fetten setzt man zweckmässig etwas hartes Paraffin hinzu, um die obenauf schwimmenden Fettsäuren bei dem nun folgenden Abkühlen, welches durch Einstellen der Schale in kaltes Wasser herbeigeführt wird, zum Erstarren zu bringen. Man filtriert in einem geräumigen Kolben ab, wäscht gut nach, neutralisiert mit Kalilauge, setzt 10 *g* Kalihydrat hinzu und darauf bei gewöhnlicher Temperatur so viel einer 5proc. Permanganatlösung, bis die Flüssigkeit nicht mehr grün, sondern blau oder schwärzlich gefärbt erscheint. Sodann erhitzt man zum Kochen, wobei Manganhyperoxyd ausfällt und die Flüssigkeit roth wird, und setzt so viel wässerige schwefelige Säure hinzu, als zur vollständigen Entfärbung nothwendig ist. Man filtriert durch ein glattes Filter von solcher Grösse, dass es mindestens die Hälfte der ganzen Flüssigkeit auf einmal aufnehmen kann, und wäscht mit siedendem Wasser sehr gut aus.

Die letzten Waschwässer sind häufig durch etwas Manganhyperoxyd getrübt; diese Trübung verschwindet aber bei dem nun folgenden Ansäuern mit Essigsäure, indem die dadurch frei werdende schwefelige Säure zur Wirkung gelangt. Man erhitzt zum Sieden und fällt mit essigsaurem Kalk. Der Nieder-

*) Chem.-Zeitg., 9, 975.
**) Chem.-Zeitg., 9, 66.

schlag enthält ausser oxalsaurem Kalk stets noch Kieselsäure und häufig auch Gyps. Man darf den Niederschlag deshalb nach dem Glühen nicht als reinen kohlensauren Kalk, beziehungsweise als Calciumoxyd betrachten, sondern nimmt die Bestimmung des darin enthaltenen oxalsauren Kalkes am besten mittelst Titration, entweder mit Permanganat in saurer Lösung, oder nach dem Glühen alkalimetrisch vor.

Die Bestimmung wird nach den Autoren von der Gegenwart der löslichen Fettsäuren der Fette nicht beeinflusst.

## X. Bestimmung der unverseifbaren Bestandtheile.

Nach dem Verfasser.*)

Einige natürliche Fette enthalten geringe Mengen unverseifbarer Substanzen (Kohlen-Wasserstoffe, Cholesterin); die Wachse liefern bei der Verseifung Alkohole.

In eine Porzellanschale von 6—10 *cm* Durchmesser bringt man durch Zurückwägen 5—6 *g* der zu untersuchenden Probe, hierzu ein 2—3 *g* schweres Stück Natron- oder Kalihydrat, so dass noch ein Überschuss von ätzendem Alkali vorhanden ist. Zum Theile setzt sich das Ätzkali durch die Kohlensäure der Luft in kohlensaures Alkali um.

Hierauf fügt man ca. 80 $cm^3$ absoluten Alkohols hinzu und rührt die ganze Masse mit einem Glasstabe unter Erwärmung auf dem Wasserbade um. Durch die innige Berührung mit dem ätzenden Alkali geht die Verseifung des Fettes sehr rasch und vollständig vor sich, und man braucht nicht lange zu warten, bis die Seife trocken geworden ist. Ein Zusatz von Sand oder kohlensaurem Natron, um die Seife rasch trocken und pulverig zu machen, ist nicht nöthig. Sobald die Masse eine breiige Beschaffenheit angenommen hat, wird dieselbe mit dem Glasstabe vertheilt und die unteren Theile nach oben befördert, wodurch das Austrocknen beschleunigt wird.

Die getrocknete Seife ist in eine Hülse von Filtrierpapier zu bringen; die an der Schale anhaftenden Theile kann man fast vollständig mit einem Spatel entfernen, den letzten Rest beseitigt man leicht dadurch, dass die Schale mit erwärmtem Chloroform begossen wird. Die Chloroformlösung giesst man dann in die mit der Seife beschickte Hülse, welche man in den Extractionsraum des Soxhlet'schen Apparates steckt, ohne denselben nach oben zu schliessen. Hierauf schliesst man die

*) Zeitschrift für angewandte Chemie. 1888.

Papierhülse, drückt sie auf den Boden des Extractionsraumes hinab, setzt den Apparat vollständig zusammen und zieht mit Chloroform aus. Die Lösung der unverseifbaren Bestandtheile wird in eine gewogene Glasschale gegossen (sollte die Lösung durch etwa mechanisch mitgerissene Theilchen trübe sein, so ist sie vorher zu filtrieren), auf das Wasserbad gestellt, das Chloroform verdampft, und der Rückstand im Luftbade durch zwei Stunden bei 105—110° C. getrocknet (deshalb so lange, weil der Rückstand sehr hartnäckig das Chloroform zurückhält). Nach dem Abkühlen im Exsiccator wird gewogen.

Mittelst dieses Verfahrens lässt sich auch das Paraffin, Ceresin in den Wachsen bestimmen, nur ist zu bedenken, dass z. B. im Bienenwachs über 50% unverseifbare Bestandtheile (Myricylalkohol) enthalten sind, welche in Chloroform löslich sind, daher eine Trennung dieser Bestandtheile vom Paraffin erforderlich ist. Das durch Extraction mit Chloroform nach dem Verseifen des Wachses erhaltene Gemenge von Myricylalkohol und Paraffin wird mit Essigsäureanhydrit gekocht, wobei die ganze Masse schmilzt, der Myricylalkohol als Ester in Lösung geht, während sich das Paraffin in Tropfenform an der Oberfläche der Flüssigkeit ansammelt. Diese Lösung wird durch ein Filter (von dichtem Papier), welches sich in einem Heisswassertrichter befindet, gegossen; das zurückbleibende Paraffin wird wiederholt mit siedendem Essigsäureanhydrit und schliesslich mit siedendem Wasser gut gewaschen. Ein Verlust an Paraffin ist nicht zu befürchten, so lange das Filter feucht und bis $^1/_3$ mit Wasser gefüllt ist; wenn aber das Filter durch die Wärme trocken geworden ist, dann kann das Paraffin durch die Poren des Papieres durchdringen und dadurch können Verluste bedingt werden. Ein Heisswassertrichter ist beim Waschen von Vortheil, weil das Paraffin nicht erstarren, somit alle Essigsäure leicht entfernt werden kann.

Das gewaschene Paraffin wird nun sammt dem Filter in ein kleines Becherglas gebracht, bei 100° C. zur Entfernung des anhängenden Wassers getrocknet, hierauf in Petroleumäther oder Chloroform gelöst, die Lösung in einer gewogenen Schale verdunstet und der Rückstand nach dem Erkalten gewogen.

## XI. Bestimmung des mittleren Moleculargewichtes der Fettsäuren.

Die bei der Bestimmung IV. oder VIII. abgeschiedenen Fettsäuren werden zur Bestimmung des mittleren Moleculargewichtes derselben verwendet.

Man löst circa 1—2 *g* der Fettsäuren in säurefreiem lkohol auf, versetzt mit Phenolphthaleïnlösung und titriert it $\frac{n}{10}$ — Alkali.

Die verbrauchten *mg* Kalihydrat werden auf 1 *g* Fett-üren berechnet, die erhaltene Zahl ist die Säurezahl (*s*) der ettsäuren; das mittlere Moleculargewicht (*M*) derselben findet an aus der Formel:

$$M = \frac{56 \times 100}{S}.$$

## II. Bestimmung der Löslichkeit der Fette in Eisessig.

Nach Valenta.*)

Zur Durchführung dieser Probe werden 10 $cm^3$ Öl und 10 $cm^3$ sessig von der Dichte 1·0562 in einem Proberöhrchen mitein-der gemengt, und wenn keine Lösung eintreten sollte, erwärmt.

Das Proberöhrchen ist mit einem Pfropfen verschlossen. rch die Bohrung desselben geht ein Thermometer, dessen ecksilbergefäss bis in die Mischung ragt.

Nach Valenta theilt man die Fette in drei Gruppen:

1. In die bei der Temperatur von 15—20° C. vollkommen lichen (Ricinusöl, Oliven-Kernöl);

2. in die bei der Temperatur von 23° C. bis zum Siede-nkte des Eisessigs löslichen, und

3. in solche, die bei der Siedetemperatur des Eisessigs vollkommen löslich sind (z. B. die Cruciferenöle).

Um die Temperatur, bei welcher das Lösen des Fettes les) eintritt, festzustellen, werden gleiche Theile Öl und Eis-sig (specifisches Gewicht 1·0562) unter Umschütteln so lange wärmt, bis alles Öl klar gelöst ist; nun lässt man abkühlen d liest an dem in die Flüssigkeit ragenden Thermometer e Temperatur ab, bei welcher sich die Lösung zu trüben ginnt.

## XIII. Bestimmung der Elaïdin-Reaction.

Diese Reaction hat den Zweck, die trocknenden rasch n den nichttrocknenden Ölen zu unterscheiden und beruht rauf, dass das flüssige Oleïn durch salpetrige Säure in festes laïdin übergeführt wird, während die Glyceride der Leinöl-äure etc. (bei trocknenden Ölen) flüssig bleiben.

*) Dingler's Journal, 252, 297.

Die Elaïdin-Probe wird nach Finkener*) wie folgt durchgeführt.

Man fügt zu 10 $cm^3$ Öl in einem verschliessbaren Reagensglase 1 $cm^3$ Salpetersäure (1·4 specifisches Gewicht) und 0·4 *g* metallisches Kupfer (in Spänen); es beginnt sofort die Einwirkung der Säure auf das Kupfer und ist nach einer halben Minute wesentlich beendet. Schüttelt man den Inhalt des Reagensglases durcheinander, so werden die rothen Dämpfe absorbiert, hierauf wird die Masse auf 10—12° C. abgekühlt und nach 30 Minuten wird die Beschaffenheit des Elaïdins und eventuell (bei Olivenöl) die Consistenz desselben mit dem Legler'schen Apparat**) geprüft.

## XIV. Bestimmung des Brechungs-Exponenten der Öle und der Thrane.

Die Bestimmung des Brechungs-Exponenten ist leicht und sicher mit dem Refractometer von Abbé durchzuführen. Da der Brechungs-Exponent wesentlich von der Temperatur abhängig erscheint, so ist die Normaltemperatur 15° C. möglichst genau einzuhalten.

Nach F. Strohmer***) gestattet die Ermittlung des Brechungs-Exponenten 1. die trocknenden von den nichttrocknenden Ölen zu charakterisieren und 2. auch einzelne Öle selbst zu erkennen.

Die trocknenden Öle (Leinöl, Mohnöl) und die Thrane besitzen ein erheblich höheres Brechungsvermögen, als die nichttrocknenden Öle. Von letzteren kommt nur dem Ricinusöl ein Brechungs-Exponent von 1·4795 bei 15° C. (Wasser 1·333) zu, welcher jenen der trocknenden Öle erreicht. Von den nichttrocknenden Ölen hat das Olivenöl den niedrigsten Brechungs-Exponenten (1·4698).

## XV. Qualitative Reactionen.

Die qualitativen Reactionen der Fette und Öle mit Säuren, Alkalien und anderen Agentien sind meist unzuverlässig.

---

*) Pharm. Ztg., 31, 498.
**) Chem.-Ztg., 8, 1657, und Benedikt, Fett-Analyse, S. 225.
***) Zeitschr. f. Nahrungsmittel-Untersuchung u. Hygiene 1889, S. 77.

Die vollständigsten Tabellen für diese Reactionen sind von Chateau*) („Die Fette“) und von Glassner**) angegeben worden.

---

# C. Butter-Analyse.

Die Butter-Analyse wird in zweierlei Richtungen durchgeführt: *a*) Untersuchung der in der Butter enthaltenen Verunreinigungen, und *b*) Untersuchung des Butterfettes.

## a) Untersuchung der in der Butter normal enthaltenen Bestandtheile (Verunreinigungen).

### I. Bestimmung des Wassers.

Das Wasser wird durch Trocknen einer gewogenen Menge Butter bei 100° C. durch 6 Stunden bestimmt.

### II. Bestimmung des Caseïns, der Salze und des Milchzuckers.

10 bis 20 *g* Butter werden in Äther oder Chloroform gelöst, der Rückstand auf ein gewogenes Filter gebracht; zur Ausziehung der letzten am Filter haftenden Fettheilchen wird dasselbe im Extrationsapparate mit Äther oder Chloroform extrahiert und die ätherische Lösung des Fettes zur Hauptmenge gebracht. Der Rückstand wird nach dem Trocknen gewogen. Hierauf wird das im Äther (Chloroform) Unlösliche mit siedendem Wasser behandelt, wobei Milchzucker und die Salze in Lösung gehen. Diese Lösung wird in zwei Theile getheilt: in dem einen wird der Milchzucker (siehe Milch), in dem andern werden die Salze durch Eindampfen und schwaches Glühen bestimmt. Das Kochsalz wird eventuell mit Silbernitrat bestimmt. Geringe Mengen von Caseïn gelangen auch mit in das Filtrat und dieses kann dann vor der Milchzucker-Bestimmung in der einen Hälfte des Filtrates nach Ritthausen (siehe Milch) bestimmt werden.

---

*) Benedikt, Fett-Analyse, S. 202.
**) Arch. d. Pharm., 149, 201.

Der in heissem Wasser unlösliche Rückstand ist das Caseïn (Stärke als Verfälschungsmittel); wird dasselbe sammt dem Filter getrocknet, gewogen, hierauf eingeäschert und die Aschenmenge in Abrechnung gebracht, so erhält man die Caseïnmenge, die in der Probe enthalten ist, zu welcher bei genauen Analysen auch jene geringe im Filtrate bestimmte Caseïnmenge hinzuzuaddieren ist.

Die Lösung des Butterfettes wird auf ein Wasserbad gebracht, das Lösungsmittel verjagt und das Butterfett gewogen, welches dann sofort zur Untersuchung genommen werden kann.

## *b)* Untersuchung des Butterfettes.

### III. Bestimmung des specifischen Gewichtes.

Nach dem Vorschlage Skalweit's ist das specifische Gewicht des geschmolzenen filtrierten Butterfettes bei 35° C. (0·9121 spec. Gewicht), nach Bell bei 37·8° C. = 100° F. (0·911—0·913) zu bestimmen.

### IV. Bestimmung der Hehner'schen Zahl.

Die Hehner'sche Zahl beträgt bei dem Butterfett nur 87·5°/o.

### V. Bestimmung der Köttstorfer'schen Zahl.

Die mittlere Verseifungszahl des Butterfettes ist 227. A. Woll*) hat neuerdings gezeigt, dass sich die Köttstorfer'sche Zahl zur Berechnung des Zusatzes irgend eines Fettes zur Butter benützen lässt.

Die mittlere Verseifungszahl der anderen Fette ist 195·5. Ist die ermittelte Verseifungszahl der untersuchten Butter $v$, so ergibt sich der procentische Zusatz ($x$) des anderen Fettes aus nachfolgender Gleichung:

$$x = \frac{100\ (227 - v)}{227 - 195{\cdot}5};$$

$$x = 3{\cdot}17\ (227 - v).$$

*) Zeitschr. f. analyt. Chemie, 26, 28.

### VI. Bestimmung der Säurezahl (Rancidität).

Die zur Neutralisation der freien Säure erforderliche Anzahl $cm^3$ Normalalkali wird entweder in *mg* Kalihydrat auf 1 *g* Butterfett als „Säurezahl" angeführt, oder man gibt nach Burstyn*) den sogenannten „Ranciditätsgrad" des Butterfettes an. (Die Anzahl $cm^3$ $\frac{1}{10}$ — Normalalkali für 100 *g* Fett.)

### VII. Bestimmung der Reichert-Meissl'schen Zahl.

Meissl nimmt die Zahl 27 (27 $cm^3$ $\frac{1}{10}$ — Normalalkali für 5 *g* Butterfett), der Verein bairischer Vertreter der angewandten Chemie 26 $cm^3$ $\frac{1}{10}$ — Normalalkali als niedrigste Grenze bei Verwendung von 5 *g* reinem Butterfett an.

Die Reichert-Meissl'sche Methode wurde von Wollny derart abgeändert, dass bei Luftabschluss gearbeitet wird.

### VIII. Bestimmung der Jodzahl des reinen Butterfettes.

Wenn auch die Jodzahl nach F. W. A. Woll**) von 25·7 bis 37·9 (im Durchschnitt aus 28 Proben 30·83) schwankt, so kann sie dennoch zum Nachweise von Oleomargarin (50·7) etc. dienen.

### IX. Bestimmung des Brechungs-Exponenten nach J. Skalweit***) mittelst des Abbé'schen Refractometers.

Skalweit lässt das zu untersuchende Fett nach der Filtration mehrere Tage hindurch im Brütofen bei genau 20° C. stehen und temperiert das Refractometer möglichst genau auf 20° C. Hierauf wird eine Probe des zu untersuchenden Fettes auf ein kleines Papierfilter gebracht, welches auf einem Uhrglase ausgebreitet ist. Das Fett saugt sich alsbald in das Papier, welches nach dem Aufheben eine fettig glänzende Stelle zeigt, die eine hinreichende Menge Fett auf die Fläche der Nicol'schen Prismen des Refractometers abgibt.

Für unzweifelhaft reine Milchbutter fand er die Brechungsindices von 1·4652 bis 1·4660 bei 20° C. (Wasser 1·3330).

---

*) Zeitschrift f. analyt. Chemie, 17, 388.
**) Zeitschrift f. analyt. Chemie, 27, 532.
***) Repert. f. analyt. Chemie, 6, 181, 235.

# D. Glycerin-Analyse (Rohglycerin).

## I. Bestimmung des Glycerins.

Enthält das Glycerin neben Wasser keine anderen Substanzen in Lösung, so lässt sich der procentische Gehalt an Glycerin durch Ermittlung des specifischen Gewichtes oder aus dem Brechungs-Exponenten mit Hilfe des Abbé'schen Refractometers finden.

T. Morawski*) hat neuerdings die Richtigkeit sowohl der Skalweit'- als auch der Gerlach'schen Tabellen für die specifischen Gewichte wässeriger Glycerinlösungen bei 15° C. betont.

In der Tabelle Nr. XXXV. von Skalweit**) sind ausser den den specifischen Gewichten bei 15° C. entsprechenden Glycerinprocenten auch die entsprechenden Brechungs-Exponenten angeführt.

### Tabelle Nr. XXXV.

über die specifischen Gewichte und Brechungs-Exponenten wässeriger Glycerinlösungen.

(Nach Skalweit.)

| Procente Glycerin | Spec. Gewicht bei 15° C. | *n* (*D*) bei 15° C. | Procente Glycerin | Spec. Gewicht bei 15° C. | *n* (*D*) bei 15° C. | Procente Glycerin | Spec. Gewicht bei 15° C. | *n* (*D*) bei 15° C. |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 0 | 1·0000 | 1·3330 | 11 | 1·0265 | 1·3464 | 22 | 1·0542 | 1·3607 |
| 1 | 1·0024 | 1·3342 | 12 | 1·0290 | 1·3477 | 23 | 1·0568 | 1·3620 |
| 2 | 1·0048 | 1·3354 | 13 | 1·0315 | 1·3490 | 24 | 1·0594 | 1·3633 |
| 3 | 1·0072 | 1·3366 | 14 | 1·0340 | 1·3503 | 25 | 1·0620 | 1·3647 |
| 4 | 1·0096 | 1·3378 | 15 | 1·0365 | 1·3516 | 26 | 1·0646 | 1·3660 |
| 5 | 1·0120 | 1·3390 | 16 | 1·0390 | 1·3529 | 27 | 1·0672 | 1·3674 |
| 6 | 1·0144 | 1·3402 | 17 | 1·0415 | 1·3542 | 28 | 1·0698 | 1·3687 |
| 7 | 1·0168 | 1·3414 | 18 | 1·0440 | 1·3555 | 29 | 1·0724 | 1·3701 |
| 8 | 1·0192 | 1·3426 | 19 | 1·0465 | 1·3568 | 30 | 1·0750 | 1·3715 |
| 9 | 1·0216 | 1·3439 | 20 | 1·0490 | 1·3581 | 31 | 1·0777 | 1·3729 |
| 10 | 1·0240 | 1·3452 | 21 | 1·0516 | 1·3594 | 32 | 1·0804 | 1·3743 |

*) Chemiker-Zeitung 1889, 27, 431.
**) Benedikt, Fett-Analyse, S. 168.

| Procente Glycerin | Spec. Gewicht bei 15° C. | *n* (*D*) bei 15° C. | Procente Glycerin | Spec. Gewicht bei 15° C. | *n* (*D*) bei 15° C. | Procente Glycerin | Spec. Gewicht bei 15° C. | *n* (*D*) bei 15° C. |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 33 | 1·0831 | 1·3757 | 56 | 1·1458 | 1·4084 | 79 | 1·2098 | 1·4429 |
| 34 | 1·0858 | 1·3771 | 57 | 1·1486 | 1.4099 | 80 | 1·2125 | 1·4444 |
| 35 | 1·0885 | 1·3785 | 58 | 1·1514 | 1·4104 | 81 | 1·2152 | 1·4460 |
| 36 | 1·0912 | 1·3799 | 59 | 1·1542 | 1·4129 | 82 | 1·2179 | 1·4475 |
| 37 | 1·0939 | 1·3813 | 60 | 1·1570 | 1·4144 | 83 | 1·2206 | 1·4490 |
| 38 | 1·0966 | 1·3827 | 61 | 1·1599 | 1·4160 | 84 | 1·2233 | 1·4505 |
| 39 | 1·0993 | 1·3840 | 62 | 1·1628 | 1·4175 | 85 | 1·2260 | 1·4520 |
| 40 | 1·1020 | 1·3854 | 63 | 1·1657 | 1·4190 | 86 | 1·2287 | 1·4535 |
| 41 | 1·1047 | 1·3868 | 64 | 1·1686 | 1·4205 | 87 | 1·2314 | 1·4550 |
| 42 | 1·1074 | 1·3882 | 65 | 1·1715 | 1·4220 | 88 | 1·2341 | 1·4565 |
| 43 | 1·1101 | 1·3896 | 66 | 1·1743 | 1·4235 | 89 | 1·2368 | 1·4580 |
| 44 | 1·1128 | 1·3910 | 67 | 1·1771 | 1·4250 | 90 | 1·2395 | 1·4595 |
| 45 | 1·1155 | 1·3924 | 68 | 1·1799 | 1·4265 | 91 | 1·2421 | 1·4610 |
| 46 | 1·1182 | 1·3938 | 69 | 1·1827 | 1·4280 | 92 | 1·2447 | 1·4625 |
| 47 | 1·1209 | 1·3952 | 70 | 1·1855 | 1·4295 | 93 | 1·2473 | 1·4640 |
| 48 | 1·1236 | 1·3966 | 71 | 1·1882 | 1·4309 | 94 | 1·2499 | 1·4655 |
| 49 | 1·1263 | 1·3981 | 72 | 1·1909 | 1·4324 | 95 | 1·2525 | 1·4670 |
| 50 | 1·1290 | 1·3996 | 73 | 1·1936 | 1·4339 | 96 | 1·2550 | 1·4684 |
| 51 | 1·1318 | 1·4010 | 74 | 1·1963 | 1·4354 | 97 | 1·2575 | 1·4698 |
| 52 | 1·1346 | 1·4024 | 75 | 1·1990 | 1·4369 | 98 | 1·2600 | 1·4712 |
| 53 | 1·1374 | 1·4039 | 76 | 1·2017 | 1·4384 | 99 | 1·2625 | 1·4728 |
| 54 | 1·1402 | 1·4054 | 77 | 1·2044 | 1·4399 | 100 | 1·2650 | 1·4742 |
| 55 | 1·1430 | 1·4069 | 78 | 1·2071 | 1·4414 | | | |

Sind neben Wasser noch andere Körper im Glycerin (Rohglycerin) in Lösung, so reichen die beiden angeführten Bestimmungen nicht mehr hin, um den Gehalt an Glycerin zu finden, und es müssen dann nachfolgende Methoden zur Anwendung gebracht werden:

### 1. Bleioxyd-Methode.

Von T. Moravski.*)

Moravski führt diese Glycerin-Bestimmung in geräumigen Porzellantiegeln aus, in welche ein kurzes Glasstäbchen eingesetzt wird, worauf sie mit einem gut passenden Uhrglase,

*) Chemiker-Ztg. 1889, 27, 431.

das einen Ausschnitt für den Glasstab besitzt, bedeckt werde. In solche Tiegel werden 50—60 *g* Bleioxyd gefüllt, das Glycerin etwa 2 *g* eingewogen und so viel Alkohol zugesetzt, dass sich das Gemenge unter Bildung einer feuchten, lockeren Masse mit dem Glasstabe verreiben und gleichmässig mischen lässt. Dieser Alkoholzusatz ist besonders wichtig bei glycerinreichen dickflüssigen Untersuchungsobjecten, da es sonst nicht gelingt, das Glycerin auf der Oberfläche des Bleioxyds gleichmässig zu vertheilen. Nach erfolgter Mischung werden die Tiegel in einen Vacuum-Wasserbadtrockenkasten eingesetzt, die Tiegelinhalte zur Trockene gebracht und dann erst im Lufttrockenkasten zur Gewichtsconstanz erhitzt, und zwar bei einer Temperatur von 120—130° C.

Bei reineren Glycerinen, welche fast nur Glycerin und Chlornatrium enthalten, gibt das Verfahren nach O. Hehner gute Resultate.

## 2. Bichromat-Methode.

Von O. Hehner.*)

Zu dieser Methode sind folgende Lösungen erforderlich: *a*) Kaliumbichromat mit 74·86 *g* Bichromat und 150 *cm*³ starker Schwefelsäure in 1 *l* — die Wirksamkeit dieser Lösung ist durch Eisendraht oder Ferroammonsulfat zu ermitteln; *b*) Ferroammonsulfatlösung mit 240 *g* Salz pro 1 *l*; *c*) Bichromat von $^1/_{10}$ der Stärke bei *a*). Die Ferrolösung wird genau auf Chromatlösung eingestellt und der Glycerinwert des Chromats berechnet.

Bei reinen Glycerinen ist die Oxydation quantitativ. Von rohen Glycerinen versetzt man etwa 1·5 *g* in einer 100 *cm*³-Flasche mit etwas Silberoxyd, verdünnt ein wenig, lässt ca. 10 Minuten stehen, versetzt sodann mit basischem Bleiacetat in geringem Überschusse, füllt zur Marke auf und filtriert einen Theil durch ein trockenes Filter. 25 *cm*³ des Filtrates werden in einem Becherglase mit 40—50 *cm*³ der eingestellten Bichromatlösung und weiter mit 15 *cm*³ starker Schwefelsäure versetzt, worauf man unter Bedeckung mit einem Uhrglase 2 Stunden lang in siedendem Wasser erhitzt. Hierauf wird der Überschuss an Bichromat durch Ferroammonsulfat zurücktitriert. Die Bichromatlösung ist wegen ihrer Stärke mit grösster Sorgfalt zu messen; auch wird zweckmässig die Temperatur während des Abmessens beachtet. Durch die Fällung mit Blei werden alle höheren

*) Chem.-Ztg. 1889, 14, 213.

Fettsäuren und alle Harzsäuren, sowie Albuminoïde, Sulfide, Sulfocyanate und Aldehyde vollständig entfernt; die nicht gefällten niederen Fettsäuren, wie die Essigsäure und Buttersäure, werden durch das Bichromat nicht angegriffen.

### 3. Permanganat-Methode.

Von Benedikt und Zsigmondy.

Diese Methode ist bei sehr verdünnten Glycerinlösungen (höchstens 0·3 *g* Glycerin in der Probe) sehr gut anwendbar.

Über die Durchführung dieser Methode siehe: „Allgemeines über Fettanalyse".

Es ist jedoch zu bemerken, dass vor der Durchführung der Untersuchung die durch Bleiessig fällbaren Verunreinigungen entfernt werden müssen.

### 4. Acetin-Methode.

Von R. Benedikt und M. Cantor.*)

Diese expeditive Methode gestattet das Glycerin sehr rasch und sicher zu bestimmen.

Die Methode beruht auf folgendem Principe:

Glycerin geht beim Kochen mit Essigsäureanhydrid quantitativ in Triacetin über. Löst man das letztere in Wasser und neutralisiert man die freie Essigsäure genau mit Natronlauge, so lässt sich die Menge des in Lösung befindlichen Triacetins leicht durch Verseifen mit Natronlauge und Zurücktitrieren des Überschusses bestimmen.

Zur Ausführung des Verfahrens nach Benedikt und Cantor benöthigt man:

1. $^1/_2$ bis $^1/_1$ Normalsalzsäure, deren Titer auf das genaueste gestellt sein muss;

2. verdünnte, nicht titrierte Natronlauge mit nicht mehr als 20 *g* Natronhydrat im Liter;

3. concentrierte, ca. 10procentige Natronlauge.

In die 1 bis $1^1/_2$ *l* fassende Flasche setzt man mittelst eines Kautschukpfropfens eine 25 $cm^3$-Pipette ein, am oberen Ende derselben wird ein Kautschukschlauch angebracht, der mit einem Quetschhahn verschlossen ist.

*) Monatshefte für Chemie 1888, Bd. IX., S. 521.

Man wiegt 1 bis $1^1/_2$ *g* der Probe in einem weithalsigen Kölbchen mit kugelförmigem Boden von etwa 100 $cm^3$ Inhalt ab, fügt 7—8 *g* Essigsäureanhydrid und ca. 3 *g* entwässertes Natriumacetat hinzu und kocht 1 bis $1^1/_2$ Stunden am Rückflusskühler. Man lässt etwas erkalten, verdünnt mit 50 $cm^3$ Wasser und erwärmt zum beginnenden Sieden; dies muss ebenfalls am Rückflusskühler geschehen, da das Triacetin, wie Benedikt und Cantor festgestellt haben, mit Wasserdämpfen ziemlich leicht unzersetzt flüchtig ist.

Hat sich das am Boden befindliche Öl gelöst, so filtriert man in einem weithalsigen Kolben von 400 bis 600 $cm^3$ Inhalt ab, wodurch die Flüssigkeit von einem meist weissen und flockigen Niederschlag getrennt wird. Der Niederschlag kann bei Rohglycerinen ziemlich reichlich sein, und enthält den grössten Theil der organischen Verbindungen. Man wäscht das Filter gut nach, lässt das Filtrat vollständig erkalten, fügt Phenolphthaleïn hinzu und neutralisiert genau mit verdünnter Natronlauge. Der Übergang ist bei einiger Aufmerksamkeit leicht zu erkennen; die Neutralität ist erreicht, wenn sich die schwach gelbliche Farbe der Flüssigkeit in Röthlichgelb verwandelt. Eine eigentliche Rothfärbung tritt erst bei einem verwendeten Überschusse der Lauge ein.

Die Neutralisation muss in der Kälte und mit verdünnter Lauge (nicht stärker als halbnormal) erfolgen, da das Triacetin sonst schon verseift wird.

Man füllt nun die in die 10procentige Natronlauge eingesetzte Pipette und lässt sie in die Flüssigkeit ablaufen. Die Pipette muss bei jedem Versuche in genau gleicher Weise entleert werden, was am leichtesten erreicht wird, wenn man nach dem Ausfliessen des Flüssigkeitsstrahles immer dieselbe Anzahl von Tropfen (z. B. drei) nachlaufen lässt. Man kocht eine Viertelstunde und titriert den Überschuss der Lauge mit Salzsäure zurück.

Hierauf ermittelt man den Natrongehalt von 25 $cm^3$ Lauge, welche man in der angegebenen Weise abmisst, durch Titration mit Salzsäure. 1 $cm^3$ Normalsalzsäure entspricht 0·092 : 3 = 0·03067 *g* Glycerin.

Mit dieser Methode kann man auch den Gehalt der Fette an Diglyceriden ermitteln.

Sei $M$ das Moleculargewicht des Glycerides, $a$ die Verseifungszahl des Fettes vor und $b$ diejenige nach der Acetylierung, so ist, da 56·1 das Moleculargewicht des $KHO$, 42 das Äquivalent des Restes $C_2\ H_2\ O$ ist, der Procentgehalt des Fettes

an dem Diglycerid (z. B. Dierucin ($D$) $C_3\ H_5\ (O\ C_{22}\ H_{41})_2\ OH$ im Rübölstearin:*)

$$D = \frac{100\,M\,(b - a)}{5610 - 42\,b}.$$

O. Hehner**) hebt hervor, dass das Acetinverfahren sehr einfach ist, schnelles Arbeiten gestattet und übereinstimmende Resultate bei Beobachtung folgender Vorsichtsmassregeln, die auch die Autoren betont haben, gibt: Das Erhitzen in den verschiedenen Stadien des Processes muss am Rückflusskühler geschehen, da das Triacetin etwas flüchtig ist. Das Natriumacetat muss völlig wasserfrei sein, was bei dem käuflichen Salze nie der Fall ist; dasselbe ist daher vor dem Gebrauche sorgfältig zu erhitzen. Das Triacetin wird in Berührung mit Wasser allmählich zersetzt; daher müssen die Operationen, wenn die Acetylierung beendet ist, so schnell als möglich ausgeführt werden.

## II. Bestimmung der Asche und des Chlorgehaltes.

Eine gewogene Menge Glycerin wird verbrannt, die Kohle mit Wasser ausgelaugt, die Lösung der Chloride abfiltriert und der Rückstand nach dem Trocknen eingeäschert. Zu dieser Asche bringt man die Lösung der Chloride, dampft sie ein und glüht schwach (schwache Rothglut). Man nimmt die Asche neuerdings in Wasser auf und bestimmt in dem Filtrate der Asche das Chlor; ausserdem wird in der Asche die Bestimmung Calcium, Zink, Eisen, Magnesium durchgeführt.

## III. Bestimmung der Alkalität.

Die Alkalität wird nach H. L. Sulman und E. Berry***) direct acidimetrisch bestimmt, wobei Lackmus am besten als Indicator dient.

## IV. Bestimmung der organischen Verunreinigungen.

Eiweiss und Harz, Farbstoffe, Fettsäuren sind zum grössten Theile durch Bleiessig fällbar. Sie können annähernd bestimmt werden, indem man das Glycerin hinreichend verdünnt, mit

*) Reimer, Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch., 19, 3320.
**) Chemiker-Zeitung 1889, 14, S. 213.
***) The Analyst 11, 12, und Zeitschr. f. analyt. Chemie, 25, 595.

Essigsäure genau neutralisiert; zur Vertreibung der Kohlensäure wird erhitzt und der erkalteten Flüssigkeit ein geringer, aber hinreichender Überschuss von basischem Bleiacetat (Bleiessig) unter Umrühren zugesetzt. Der Niederschlag wird auf einem gewogenen Filter gesammelt, gut gewaschen und nach dem Trocknen bei 100—105° C. gewogen. Niederschlag und Filter werden jedes für sich unter Zusatz einiger Tropfen Salpetersäure verascht und das Gewicht der Asche (Bleioxyd und Bleisulfat) von demjenigen des Niederschlages abgezogen.

---

## E. Seifen-Analyse.

Bei der Seifen-Analyse hat man folgende Bestimmungen durchzuführen:

### I. Bestimmung des Wassers.

In harten Seifen (Natronseifen) nimmt man diese Bestimmung derart vor, dass man das zu untersuchende Stück nicht nur hiefür, sondern auch für die nachfolgenden Untersuchungen in Späne zerschneidet und nach dem Durchmischen derselben etwa 10 *g* Seife auf ein Uhrglas, welches man zur Wägung mit einem zweiten, aufgeschliffenen bedeckt, oder in ein Wägefläschchen bringt. Hierauf wird die Seife zunächst beiläufig $^1/_2$ Stunde bei 30° C., dann bei 60—70° C. und endlich durch längere Zeit (4—6 Stunden) bei 100—105° C. getrocknet. Die Gewichtsdifferenz gibt, wenn Glycerin und freie Alkalien zugegen sind, jedoch niemals den Wassergehalt genau an.

Liegt eine sogenannte Schmierseife (Kaliseife) vor, dann rührt man mit einem mitgewogenen Glasstabe ausgeglühten Sand ein und trachtet durch Hinzufügen von Alkohol die Verdampfung des Wassers zu beschleunigen.

### II. Bestimmung der Asche.

Einige *g* trockener Seife werden partienweise in einem Tiegel verkohlt, die Kohle wird mit Wasser ausgelaugt, abfiltriert, der Rückstand nach dem Trocknen eingeäschert. Zur Asche bringt man die Lösung der Salze, dampft dieselbe ein, trocknet, glüht schwach und wiegt. Dieses Resultat ist insoferne nicht ganz richtig, da einerseits der Theil der Alkalien, welcher an Fettsäuren gebunden und als freies Alkali vor-

handen war, als kohlensaures Alkali gewogen wird, andererseits würden durch das Glühen Chloride verflüchtigt.

In der Asche bestimmt man eventuell Kieselsäure, Thonerde, Kalk, Schwefelsäure (als $Na_2\ SO_4$, $K_2\ SO_4$ vorhanden). Da die Sulfate weniger stark flüchtig sind, als die Chloride, so wird man eine Schwefelsäure-Bestimmung in der Asche vornehmen können.

## III. Bestimmung: 1. der in Alkohol, 2. der in Wasser unlöslichen Bestandtheile und 3. der Fettsäuren, des freien und des an Fettsäuren gebundenen Alkali.

Nach dem Verfasser.*)

### 1. Bestimmung der in Alkohol unlöslichen Bestandtheile.

5—10 *g* vollkommen trockener Seife werden mit möglichst hochgradigem Alkohol (96procentig) behandelt, es löst sich die Seife, das freie Alkali und das Glycerin, während $Na_2\ CO_3$ ($K_2\ CO_3$), $Na\ Cl$ ($K\ Cl$), $Na_2\ SO_4$ ($K_2\ SO_4$), $SiO_2$, Stärke etc. etc. ungelöst zurückbleiben. Den Rückstand bringt man auf ein bei 100° C. getrocknetes und in einem Wägefläschchen gewogenes Filter, wäscht ihn mit Alkohol derselben Concentration aus, trocknet den Rückstand sammt dem Filter bei 100° C. und wiegt. Die Gewichtszunahme gibt die Menge der in Alkohol unlöslichen Bestandtheile.

### 2. Bestimmung der in Wasser unlöslichen Bestandtheile.

Der in Alkohol unlösliche Rückstand wird mit heissem Wasser ausgelaugt; es lösen sich: $Na_2\ CO_3$, $Na_2\ SO_4$, $Na\ Cl$ etc., und auf dem Filter bleiben die in Wasser unlöslichen Bestandtheile, wie: Sand, Stärke, Holzstückchen etc. zurück; werden dieselben abermals bei 100° C. sammt Filter getrocknet und gewogen, so erhält man die Menge der in Alkohol und Wasser unlöslichen Bestandtheile. Wird der Rückstand eingeäschert und die Aschenmenge von dem unlöslichen Rückstande abgezogen, dann erhält man sowohl die organischen unlöslichen

*) Zeitschrift für chemische Industrie 1887, und Zeitschrift für angewandte Chemie 1888.

Stoffe (Stärke), als auch die Menge der in Wasser unlöslichen Mineralbestandtheile. — Das wässerige Filtrat des Alkoholrückstandes wird auf ein bestimmtes Volumen gebracht und in drei Theile getheilt:

In dem ersten Theile bestimmt man das kohlensaure Alkali ($Na_2\,CO_3$, $K_2\,CO_3$) durch Titration mit $\frac{1}{10}$ — Normal-Salzsäure und drückt die Anzahl $cm^3$ je nach der Art der Seife als $Na_2\,CO_3$ oder $K_2\,CO_3$ aus. In dem zweiten Theile bestimmt man die Schwefelsäure und in dem dritten den Chlorgehalt (*Na Cl, K Cl*).

### 3. Bestimmung des freien Alkali, der Fettsäuren und des an Fettsäuren gebundenen Alkali.

Das alkoholische Filtrat von 1. ist mit einigen Tropfen Phenolphthaleïnlösung versetzt und das etwa vorhandene freie Alkali wird durch vorsichtiges Titrieren mit $\frac{1}{10}$ — Normal-Salzsäure bestimmt.

Hierauf wird die Seifenlösung mit dem doppelten Volumen Wasser versetzt und der Alkohol durch Abdampfen bis auf ein Drittel Volumen ausgetrieben; der etwa noch verbliebene Alkoholrest ist durch Zusatz von Wasser und abermaliges Kochen zu entfernen.

Zur Abscheidung der Fettsäuren und zur Ermittlung des an Fettsäuren gebundenen Alkali wird die wässerige Lösung der Seife mit einer gemessenen, im Überschusse genommenen Menge Schwefelsäure von bekanntem Gehalte versetzt und so lange erwärmt, bis sich alle Fettsäuretröpfchen an der Oberfläche der Flüssigkeit abgeschieden haben. Nach dem Erstarren der Fettsäuren durchsticht man die Schichte derselben und giesst die unten befindliche Flüssigkeit durch ein Filter, kocht die Fettsäuren mit heissem Wasser aus, lässt dieselben abermals erstarren und giesst neuerdings das Wasser durch das Filter. Diesen Vorgang wiederholt man so lange, als das Wasser noch Schwefelsäure-Reaction zeigt.

In dem Filtrate sammt Waschwasser wird mit $\frac{1}{10}$ — Normalalkali der Schwefelsäure-Überschuss zurücktitriert. Aus der Differenz zwischen der der ursprünglich genommenen Schwefelsäuremenge äquivalenten Alkalimenge und der zum Zurücktitrieren verbrauchten findet man die an Fettsäuren gebundene

Alkalimenge. Bei Natronseifen (harten Seifen) drückt man das erhaltene Resultat in Procenten Natriumoxyd, bei Kaliseifen (Schmierseifen) in Procenten Kaliumoxyd aus. Hierbei kann man einen Fehler begehen, da auch ein Gemenge beider Basen vorhanden sein kann. Für die Zwecke der Praxis vernachlässigt man jedoch diesen Fehler, bei genauen Analysen muss man eine Bestimmung beider Basen in dem von Fettsäuren befreiten Filtrate vornehmen.

Die auf dem Filter befindlichen Fettsäuren bringt man in das Becherglas, in welchem man die Zerlegung der Seifenlösung vorgenommen hat, löst die Fettsäuren in Alkohol, dem man etwas Äther zugesetzt hat, auf, bringt die Fettlösung in ein gewogenes Wägefläschchen, spült das Filter und das Becherglas wiederholt mit erwärmtem Alkoholäther nach und fügt diese Lösung zur früheren Fettlösung hinzu; hierauf verdampft man den Alkoholäther auf dem Wasserbade, trocknet bei 100° C. und wiegt die Fettsäuren. Die geringe Menge der in Wasser löslichen Fettsäuren kann man meist unberücksichtigt lassen, doch lassen sich dieselben durch Ausschüttlung des bereits neutralisierten Filtrates mit Äther abscheiden.

Das erhaltene Resultat entspricht den Fettsäuren in Hydratform; will man jedoch auf Säureanhydrid zum Zwecke der Zusammenstellung der Analysenresultate umrechnen, so hat man annähernd 3·25% von der Fettsäuremenge abzurechnen, da man annimmt, dass 100 Theile Fettsäure 96·75 Theilen Anhydrid entsprechen.

Für ganz genaue Bestimmungen müsste man nach Benedikt*) zu diesem Zwecke das mittlere Moleculargewicht der Fettsäuren kennen, welches man (siehe „Allgemeines über Fett- und Wachs-Analyse") leicht ermitteln kann. Ist $M$ das mittlere Moleculargewicht, die gefundene Fettsäure-Hydratmenge $H$, so ergibt sich der Gehalt an Fettsäure-Anhydriden ($F$):

$$F = \frac{H(M - 9)}{M}.$$

Für manche Zwecke müssen die Fettsäuren noch näher untersucht werden.

## IV. Bestimmung des Glycerins.

Die Glycerin-Bestimmung wird entweder nach Benedikt und Zsigmondy (siehe „Fett-Analyse" IX., 2) in dem von Fettsäuren

*) Böckmann, 2. Aufl., S. 880.

abgeschiedenen Filtrate oder nach O. Hehner (siehe „Glycerin-Analyse“ I., 2) durchgeführt.

## V. Bestimmung des Neutralfettes und der unverseifbaren Bestandtheile.

Die trockene Seife wird, wie bereits (siehe „Allgemeines über Fett- und Wachs-Analyse“ X.) angegeben wurde, behandelt. Auf diese Weise erhält man das Neutralfett und die unverseifbaren Bestandtheile in Summe; letztere kann man aus der Verseifungszahl der erhaltenen Masse bestimmen.

## VI. Bestimmung des Harzgehaltes.

Zu den gewöhnlichen Seifen wird häufig ein Harzzusatz gemacht; diese Seifen führen dann den Namen „Harztalgseifen“; jedoch auch viele gelbe durchscheinende, ordinäre, sogenannte Glycerinseifen weisen einen Harzzusatz auf.*) Die mit den Fettsäuren bestimmten Harzsäuren können am genauesten nach dem von V. Hübl und Stadler**) modificierten Gladding'schen***) Verfahren bestimmt werden.

0·5—1 *g* des Harzfettsäuregemenges wird unter Erwärmung in Alkohol gelöst, mit Natronlauge genau neutralisiert, mit Wasser verdünnt, hierauf Silbernitratlösung so lange hinzugefügt, bis alles ausgefällt ist. Das gefällte harzsaure Silber wird vor Sonnenlicht geschützt, abfiltriert, mit Wasser gewaschen, bei 100° C. getrocknet und sodann im Soxhlet'schen Extractions-Apparate mit Äther extrahiert. Der ätherische Auszug wird mit verdünnter Salzsäure geschüttelt; von derselben trennt man ihn mittelst eines Scheidetrichters. Wenn nöthig, filtriert man von dem Chlorsilber ab, bringt die ätherische Harzlösung in ein gewogenes Wägefläschchen, verdampft den Äther auf dem Wasserbade und wiegt das bei 100° C. getrocknete Harz aus.

---

*) Horn, Über Harzseifen und deren Untersuchung. Zeitschr. f. Nahrungsmittel-Untersuchung und Hygiene, 1889, S. 59.

**) Benedikt, Fett-Analyse, S. 125.

***) Zeitschr. f. analyt. Chemie, 21, 585.

## F. Kerzen-Analyse.

Die Kerzenmasse kann, abgesehen von den sogenannten Unschlittkerzen, der Hauptmenge nach aus Stearinsäure, Wachs, Ceresin, Paraffin oder aus einem Gemenge von Paraffin und Stearinsäure (zuweilen auch Talg) bestehen; Kerzen, die aus der letztgenannten Mischung bestehen, nennt man „Compositionskerzen."

Bei der Probenahme muss man darauf achten, eine gute Durchschnittsprobe der äusseren, als auch der inneren Masse zu erhalten, da es auch öfters vorkommt, dass der äussere Theil der Kerzen anders zusammengesetzt ist, als der innere. Am zweckmässigsten verfährt man, wenn man eine Kerze schmilzt, den Docht, den man auf seine Imprägnation prüfen kann, entfernt. Nachdem man die Masse umgerührt und erstarren gelassen hat, werden die Proben genommen.

Folgende Bestimmungen sind durchzuführen:

I. Bestimmung des Schmelzpunktes.
II. Bestimmung der Säurezahl.
III. Bestimmung der Verseifungszahl.
IV. Bestimmung der Jodzahl.
V. Bestimmung der unverseifbaren Bestandtheile (Paraffin etc.).
VI. Bestimmung des Glycerins.
VII. Bestimmung der Asche.

Alle diese Bestimmungen sind nach den bereits besprochenen Methoden durchzuführen. Die erhaltenen Zahlen gestatten das Kerzenmaterial zu beurtheilen und auf die einzelnen Bestandtheile einen Schluss zu ziehen.

---

## G. Oleïn- (Elaïn-) und Oleomargarin-Analyse.

Die technische Ölsäure (Oleïn, Elaïn) wird bei der Verarbeitung der Fette zur Kerzenfabrikation gewonnen und zur Seifenfabrikation verwendet.

Zur Kunstbutterfabrikation wird in manchen Fabriken das reine und frische Unschlitt nicht direct verseift, sondern vorerst durch warmes Pressen in „Oleomargarin" und „Presstalg" gesondert, welch ersteres bei der Kunstbutterbereitung

(20—22 ° C. schmelzendes Oleomargarin), letzteres bei der Kerzenfabrikation Verwendung findet.

Das Oleïn (Elaïn) ist auf seine Säurezahl, Verseifungszahl (Neutralfett), Jodzahl (Anhaltspunkt zur Bestimmung der festen Fettsäuren), ferner auf seinen Gehalt an unverseifbaren Bestandtheilen (Destillatoleïn enthält zuweilen infolge der Bereitung Kohlenwasserstoffe) zu prüfen.

Bei dem Oleomargarin hat man den Schmelzpunkt, Verseifungs- und Jodzahl, ferner noch das Glycerin zu bestimmen.

---

## H. Türkischrothöl-Analyse.

Zur Wertbestimmung des Türkischrothöles für Färbereizwecke sind nachfolgende Untersuchungen vorzunehmen:

### I. Bestimmung des Gesammtfettes.

R. Benedikt*) fasst als Gesammtfett die Summe des in Türkischrothölen enthaltenen unlöslichen Fettes (Fettsäuren, Oxyfettsäuren und Neutralfett) und der durch Zersetzung der löslichen Fettschwefelsäuren gewinnbaren Oxyfettsäuren.

Man geht nach Benedikt wie folgt vor:

Circa 4 *g* Öl werden in einer Schale mit 20 *cm*³ Wasser angerührt; trübt sich hierbei die Flüssigkeit, so setzt man tropfenweise Ammoniak hinzu, bis alles gelöst ist oder doch nur einzelne grössere, aus fester Substanz bestehende Flocken zurückgeblieben sind. Unterlässt man diesen Zusatz von Ammoniak, so erhält man häufig zu hohe Resultate. Nun mischt man 15 *cm*³ verdünnte Schwefelsäure hinzu, erwärmt auf dem Wasserbade und versetzt mit 20 *cm*³ gesättigter Kochsalzlösung; es wird so lange auf dem Wasserbade erwärmt, bis sich das Fett ganz klar abgeschieden hat.

Nun bringt man die Fettsäuren auf ein Filter, wäscht dieselben gut mit heissem Wasser, löst sie in Alkoholäther, wäscht das Filter und die Schale mit Alkoholäther nach, bringt die Fettlösung in ein gewogenes Wägefläschchen, verdampft den Alkoholäther, der auch die Wasserdämpfe mitreisst, trocknet bei 100 ° C. und wiegt die Fettsäurehydrate.

---

*) Benedikt, Fett-Analyse, S. 150.

## II. Bestimmung des Neutralfettes.

Es werden gegen 30 *g* des Rothöles in 50 $cm^3$ Alkohol gelöst, mit 30 $cm^3$ Ammoniak versetzt und zwei- bis dreimal mit je 50 $cm^3$ Chloroform ausgeschüttelt.

Hierauf destilliert man die vereinigten Chloroform-Lösungen ab und wiegt den bei 100° C. getrockneten Rückstand.

Die Menge der in Wasser löslichen Fettsäuren wird indirect bestimmt, indem man von den gesammten Fettsäuren die unlöslichen abzieht.

## III. Bestimmung des Natrons und des Ammoniaks.

Circa 10 *g* Öl werden in Äther gelöst und mit Schwefelsäure ausgeschüttelt. In den vereinigten sauren Auszügen bestimmt man das Natron als schwefelsaures Natron.

Zur Ermittlung des Ammoniakgehaltes wird ein Theil des sauren Auszuges neutralisiert und mit Ätzkali destilliert; das entweichende Ammoniak wird in vorgelegter Säure bekannten Gehaltes aufgefangen. Titriert man den Überschuss der Säure zurück, so kann man aus der Differenz die Menge des Ammoniaks berechnen.

## IV. Bestimmung der Schwefelsäure.

Die Schwefelsäure ist entweder als Sulfat ($Na_2\ SO_4$, $[NH_4]_2\ SO_4$) oder als Schwefelsäureester vorhanden.

Man bestimmt den Gesammt-Schwefelsäuregehalt nach Liebig *) und die Sulfatschwefelsäure dadurch, dass man das Öl in Äther löst, mit Chlornatrium-Lösung (schwefelsäurefrei) ausschüttelt und in den filtrierten Auszügen die Schwefelsäure mit Chlorbaryum fällt.

## V. Untersuchung der Fettsäuren.

Um sich sowohl über die Natur des Fettes, als auch den Wert des Öles als Beize ein richtiges Urtheil bilden zu können, müssen die abgeschiedenen Fettsäuren auf ihren Schmelzpunkt, ihre Verseifungs-, Jod- und Acetylzahl untersucht werden.

Insbesondere letztere gibt nach R. Benedikt und T. Ulzer**) ein ausgezeichnetes Mittel an die Hand, den Wirkungswert eines Türkischrothöles beurtheilen zu können.

---

*) Fresenius, Analyse, Bd. II., S. 74.

**) Wiener Akad.-Berichte, Bd. XCV., 1887.

Während bei dem Rothöle aus Oliven und Cottonöl die Acetylzahl, entsprechend der Umwandlung der darin enthaltenen flüssigen ungesättigten Fettsäuren in Oxyfettsäuren, wesentlich steigt (im Verhältnisse zu der Acetylzahl der Fettsäuren dieser Öle), so bleibt die Zahl bei dem Ricinusöl fast gleich.

Das Ricinus-Türkischrothöl unterscheidet sich vom Oliven-Türkischrothöl dadurch, dass das erstere den sauren Schwefelsäureester einer ungesättigten Säure, das letztere aber das entsprechende Derivat einer gesättigten Säure enthält. Ersteres Rothöl addiert Jod, und ist eine bessere Beize, als letzteres, welches kein Jod addiert.

---

## J. Schmieröl-Analyse.

Als Schmieröle werden sowohl vegetabilische und animalische Öle, als auch Mineralöle verwendet.

Die Analyse hat sich auf folgende Bestimmungen zu erstrecken:

### I. Bestimmung des specifischen Gewichtes.

Das specifische Gewicht ist bei 15° C. zu ermitteln.

### II. Bestimmung der Viscosität.

Diese Bestimmung ist mit einem geaichten Viscosimeter nach C. Engler*) durchzuführen. Man kann sich jedoch auch des von E. Schmid**) für Schmieröle abgeänderten Reischauer'schen Viscosimeters bedienen.

### III. Bestimmung der flüchtigen Öle.

Eine gewogene Menge Substanz wird bei jener Temperatur, bei welcher das Schmiermaterial verwendet werden soll, durch längere Zeit erhitzt und die Gewichtsabnahme festgestellt.

### IV. Bestimmung der Säuren.

Durch Titration ist die Säuremenge, wie bei den Fetten und Ölen besprochen wurde, zu ermitteln.

---

*) Benedikt, Fett-Analyse, S. 47.
**) Chem.-Ztg., 9, 1514.

### V. Bestimmung des Erstarrungspunktes.

Mehrere Proben werden in Eprouvetten mit eingesetzten Thermometern in Kältemischungen gestellt und erstarren gelassen; hierauf nimmt man die Eprouvetten aus derselben heraus und liest die Temperatur ab, bei welcher eine Trübung der Masse nicht mehr wahrzunehmen ist.

### VI. Sonstige Bestimmungen.

Manchmal wird es nothwendig sein, den Gehalt der Schmieröle an Fetten, Ölen, Seifen, Mineralölen festzustellen, welche Bestimmungen nach den bereits besprochenen Methoden durchzuführen sind.

Einen Gehalt an Harzölen in Mineralölen kann man nach E. Valenta dadurch nachweisen, dass man die Probe mit Blutlaugensalzrückständen klärt und mit einem Polarisations-Apparate prüft; eine Rechtsdrehung weist auf Harzöl hin.

---

## K. Petroleum-Analyse.

Sowohl das in die Petroleum-Raffinerien gelangende Rohpetroleum, als auch das raffinierte Petroleum ist in folgender Weise zu untersuchen:

### I. Bestimmung des specifischen Gewichtes.

Das specifische Gewicht wird entweder mit einem Aræometer oder mit der Mohr-Westphal'schen Wage ermittelt. Um die Resultate vergleichen zu können, ist das specifische Gewicht bei 15° C. zu bestimmen.

### II. Bestimmung der einzelnen Fractionen bei der Destillation.

Zur Beurtheilung der Ausbeuten aus Rohpetroleum gibt nur die Destillationsprobe richtige Resultate.

Diese Probe wird auf zweierlei Art durchgeführt: es wird entweder nach dem Siedepunkte der einzelnen Fractionen oder nach dem specifischen Gewichte der einzelnen Destillate abdestilliert.

Die Destillationsprobe wird in einem Kolben vorgenommen (1000 $cm^3$ Rohpetroleum), in dessen Halse eine Destillationsröhre für fractionierte Destillation (*Fig. 25*) mittelst Kork eingefügt ist; durch *A* wird ein Thermometer eingeführt und mittelst Kork gasdicht befestigt, *B* führt zu einem Liebig'schen Kühler. Bei sehr genauen Untersuchungen werden Einzelfractionen von 25 zu 25° C. oder 20 zu 20° C. aufgefangen, welche eventuell durch ein- oder zweimalige Rectificationen dargestellt werden.

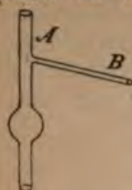



*Fig. 25.*

Die einzelnen Fractionen werden gewogen, das specifische Gewicht und der Entzündungspunkt derselben bestimmt.

Zur ungefähren Orientierung trennt man in vier Fractionen:

1. Bei der ersten Fraction vom Anfange bis 140—150° C. gehen über: Gasolin, Petroleumäther, Benzin, Rohnaphtha etc.;
2. bei der Fraction von 150—300° C. werden Leuchtöl, Brennöl, Kerosin, Solaröl destilliert;
3. von 300° bis zur beginnenden Zersetzung unter starker Qualmbildung gehen die Paraffinöle über;
4. Rückstand (Asphalt, Coaks).

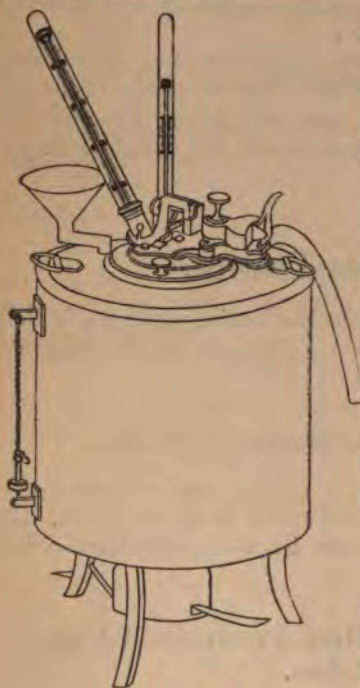


*Fig. 26.*

## III. Bestimmung des Entflammungspunktes und der Entzündungs-Temperatur.

Als Entflammungspunkt bezeichnet man jene Temperatur, bei welcher das untersuchte Petroleum Dämpfe auszuscheiden anfängt, welche sich beim Nähern einer Flamme entzünden.

Als Entzündungs-Temperatur wird jener Wärmegrad bezeichnet, bei welchem sich das Petroleum durch allmählich gesteigertes Erwärmen von selbst entzündet.

Die Bestimmung des Entflammungspunktes ist von grösserer Wichtigkeit, als die der Entzündungs-Temperatur.

Der Entflammungspunkt wird sowohl im Rohpetroleum, als auch in dessen Fractionen und in dem raffinierten Petroleum mit eigens hiefür construierten Apparaten bestimmt.

Von den zahlreichen derartigen Apparaten ist in Österreich, Deutschland und England der Abel'sche Apparat (*Fig. 26*) gesetzlich anerkannt und giltig; die Apparate müssen jedoch amtlich beglaubigt sein, und zwar in Deutschland durch die physikalisch-technische Reichsanstalt, Abtheilung II. Jedem Apparate ist eine ausführliche Gebrauchsanweisung beigegeben.

In Deutschland ist durch das Deutsche Reichs-Gesundheitsamt festgestellt worden, dass das zum Verkaufe gelangende Petroleum einen Entflammungspunkt von mindestens 37·7° C. und eine Entzündungs-Temperatur von 43·3° C. aufweisen muss.

### IV. Bestimmung der Leuchtkraft.

Die Bestimmung wird mit irgend einem Photometer, am besten mit dem von Bunsen oder von Rumford angegebenen, durchgeführt.

Die Angaben sollen, wenn möglich, auf sogenannte Normalkerzen bezogen werden. In Deutschland wird als Normalkerze eine solche bezeichnet, die aus Paraffin hergestellt ist, das bei 55° C. schmilzt. 6 Stück Kerzen müssen 500 *g* schwer sein und gedrehte Dochte haben (24 Fäden). In zugfreier Luft bei ca. 16° C. und 50 *mm* hoher Flamme müssen bei einer Normalkerze in einer Stunde 7 *g* verbrennen.

---

## L. Analyse ätherischer Öle.

Von A. Kremel.*)

Die Bestimmung des specifischen Gewichtes und der Löslichkeits-Verhältnisse genügen nicht, um ein ätherisches Öl zu identificieren und dessen Echtheit zu erkennen. Nach Kremel hat man folgende Bestimmungen durchzuführen:

### I. Bestimmung des Brechungsindex.

Diese Bestimmung ist mit dem Abbé'schen Refractometer vorzunehmen.

*) Notizen zur Prüfung der Arzneimittel, S. 129.

Die einzelnen ätherischen Öle zeigen, selbst wenn sie aus verschiedenen Ländern stammen, ein ziemlich constantes Lichtbrechungsvermögen.

## II. Bestimmung der Verseifungszahl.

Eine Reihe von ätherischen Ölen enthält theils freie organische Säuren, wie das Bittermandel- und Zimmtöl, theils Aldehyde oder Esterverbindungen. Die Verseifungszahl bietet in vielen Fällen die Möglichkeit, die ätherischen Öle auf ihre Güte und Reinheit zu prüfen. Bergamottöl, Lavendelöl, Rosmarinöl und Fichtennadelöl weisen bedeutende Esterzahlen auf.

## III. Bestimmung der Jodzahl.

(Siehe „Allgemeines über Fett- und Wachs-Analyse".)

Die Terpene nehmen sehr leicht grosse Mengen Jod auf, während die gesättigten Verbindungen, wie Kohlenwasserstoffe, Säuren, Phenole, unverändert bleiben.

Kremel hat bei seinen Versuchen gefunden, dass die hier in Betracht kommenden Phenole, wie Anethol, Carvol, Thymol, Eugenol (Hübl), gleichfalls bedeutende Mengen von Jod absorbieren, und es dürfte dieses daher nicht direct als eine Additions-Erscheinung, sondern vielmehr als Oxydation aufzufassen sein.

Die Jodzahl ist bei den einzelnen Ölen ziemlich constant und kann zur Wertbestimmung in vielen Fällen Anwendung finden. Bei jenen ätherischen Ölen, die Carvol enthalten (Ol. carvi), erscheint die Jodzahl herabgedrückt.

Kremel hat 142 ätherische Öle auf ihren Brechungsindex (*Dn* bei 15° C.), ihre Säure-, Ester-, Verseifungs- und Jodzahl untersucht und die Resultate in einer Tabelle zusammengestellt.

## IV. Methoxyl-Bestimmung.

Nach R. Benedikt und A. Grüssner.*)

Die quantitative Bestimmung des Methoxyls, welche hier zur Anwendung kommt, ist von G. Zeisel**) angegeben worden; R. Benedikt und A. Grüssner haben den zu dieser Bestimmung

*) Chem.-Ztg. 1889, 53, 872.

**) Monatsh. für Chemie 1885, 6. 989; Chem.-Ztg. 1886, 10, 148.

erforderlichen Apparat (*Fig. 27*) wesentlich verbessert und diese Methode zur Untersuchung der ätherischen Öle in Vorschlag gebracht.

Nach den Autoren ist folgender Gang bei der Untersuchung einzuhalten:

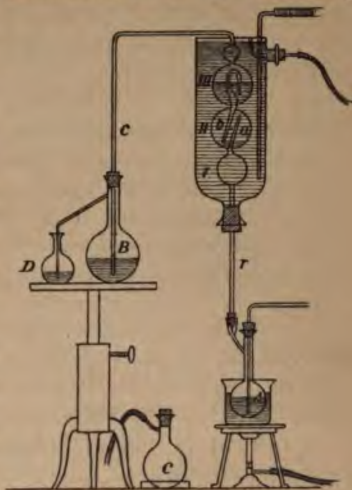


*Fig. 27.*

Es werden etwa 0·5 *g* möglichst fein zerriebenen rothen Phosphors und etwas Wasser in die Waschflasche *C* (ca. 150 $cm^3$ Inhalt) gebracht, man schiebt dieselbe mit Hilfe des in ihren Hals eingesetzten, an das Rohr *c* nur lose anschliessenden Pfropfens über dieses Rohr und treibt ihren Inhalt durch Einblasen in die Kugel *III*, von welcher die Flüssigkeit nach *II* abfliesst. Man spült auf diese Weise mit so viel destilliertem Wasser nach, bis *II* zur Hälfte gefüllt ist, und wäscht nun das Rohr *c* aus, indem man reines Wasser durch abwechselndes Blasen und Saugen an der Waschflasche bis zu seiner oberhalb der Kugeln befindlichen zweiten Biegung steigen und wieder vollständig aus dem Rohre austreten lässt, bis der an den Wänden haftende Phosphor vollständig entfernt ist.

Man wiegt 0·2—0·3 des ätherischen Öles in das Kölbchen *A*, fügt 10 $cm^3$ Jodwasserstoffsäure (1·70 spec. Gewicht) hinzu, welche vorher nach Herzig mit 8% Essigsäureanhydrid zu versetzen ist, verbindet mit dem Rohre *r* und dem Kohlensäureapparate und leitet einen langsamen Gasstrom ein. Jetzt wird der Absorptionsapparat, Kolben *B* und *D*, an *c* befestigt.

In den grösseren Kolben (120 $cm^3$) bringt man 5 $cm^3$ einer 40procentigen Lösung von Silbernitrat und 50 $cm^3$ fuselfreien 95procentigen Weingeistes, in den kleineren 1 $cm^3$ Silbernitrat und 10 $cm^3$ Weingeist.

Hierauf wird der Kolben *A* in einem Glycerinbade erwärmt. Die Kühlung des Kugelapparates wird mit heissem Wasser bewirkt. Die Temperatur im Kühlapparate kann man leicht durch Regulierung auf 70—80° C. bringen.

Aus der in *A* siedenden Flüssigkeit steigen die mit Kohlensäure gemischten Dämpfe zunächst in das Rohr *r* und

in die Kugel *I*, woselbst sich die Jodwasserstoffsäure nahezu vollständig mit dem Wasserdampf condensiert und zurückfliesst, während sich das Jod, falls es in grösserer Menge gebildet wurde, in Krystallen in der Kugel absetzt. Die Jodmethyldämpfe werden mit wenig Jod durch die Kohlensäure durch das Rohr *a* nach *II* geführt, und das darin enthaltene Wasser sammt dem grössten Theile des rothen Phosphors durch *b* nach *III* gedrängt. Endlich passieren die Gase die Kugel *III*, in welcher die letzten Antheile des Jods zurückgehalten werden, und gelangen durch *c* in die Silbernitratlösung, worin das Jodmethyl aufgenommen und ein krystallinischer Niederschlag aus Silberjodid-Silbernitrat gebildet wird. Wenn sich die Flüssigkeit nach ein- bis zweistündigem Durchleiten von Kohlensäure über dem Silberniederschlage geklärt hat, werden die Kolben *B* und *D* beiseite gestellt, ferner der Kolben *A* entfernt, hierauf das Rohr *c* von den anhaftenden Theilen des Niederschlages mit Hilfe der Waschflasche *C* befreit. Die in dem Kolben *B* und *D* befindliche Flüssigkeit wird vom Silberjodid-Silbernitrat in ein Becherglas von 500 $cm^3$ Inhalt decantiert, noch zwei- bis dreimal mit je beiläufig 30 $cm^3$ Wasser umgeschwenkt und nach dem Absitzenlassen vom gelben Jodsilber abgegossen. Das letztere wird in ein kleineres Becherglas gespült, mit 20 $cm^3$ verdünnter Salpetersäure (1:1) versetzt und erwärmt. Die alkoholische Flüssigkeit in dem grösseren Becherglase wird mit Wasser auf circa 300 $cm^3$ verdünnt, mit einigen Tropfen verdünnter Salpetersäure versetzt, durch Erhitzen von Alkohol befreit und schliesslich wieder mit heissem Wasser auf 300 $cm^3$ gebracht. Endlich sammelt man den Jodsilberniederschlag aus beiden Bechergläsern, am besten auf einem tarierten Filter, trocknet bei 120° C. und wiegt.

## V. Organoleptische Prüfung.

Geruch, Farbe, Verhalten gegen Licht und Luft geben dem vertrauten Praktiker wichtige Anhaltspunkte zur Beurtheilung und Erkennung der ätherischen Öle.

# M. Analyse der Balsame, Harze (Harzseifen) und Gummiharze.

Nach A. Kremel.*)

Alle diese Körper bestehen aus Gemengen von Harzsäuren mit ätherischen Ölen oder Estern (Balsame) oder mit sogenannten neutralen Harzen (Harze) oder mit ätherischen Ölen und Gummen (Gummiharze). Sämmtliche sind zum Theile oder vollkommen in Alkohol löslich und zeigen saure Reaction.

Man hat bei den oben genannten Körpern folgende Bestimmungen durchzuführen:

I. Bestimmung des specifischen Gewichtes.

II. Bestimmung des Schmelz- (Erstarrungs-) Punktes.

III. Bestimmung der Asche.

IV. Bestimmung des Gewichtsverlustes (durch Trocknen bei 100° C.).

V. Bestimmung der Löslichkeit.

M. v. Schmidt und F. Erban**) haben die Löslichkeit der Harze in verschiedenen Flüssigkeiten sowohl zur Unterscheidung, als auch zur Trennung der Harze in Gemengen benützt und darnach eine Tabelle ausgearbeitet. Man behandelt eine Probe zum Nachweise eines Harzes in Gemengen mit Chloroform. Schellack und Sandarak bleiben zurück und können durch Äther getrennt werden.

Das Filtrat, welches die übrigen Harze enthalten kann, wird eingedampft und das Verhalten des Rückstandes gegen folgende Lösungsmittel geprüft: Äthylalkohol, Äther, Methylalkohol, Amylalkohol, Petroleumäther, Aceton, Eisessig und Schwefelkohlenstoff.

## VI. Bestimmung der Säure-, Verseifungs- und Ätherzahl.

Die Säure- und Verseifungszahlen einer grossen Reihe dieser Körper wurden von A. Kremel,***) M. v. Schmidt und F. Erban†) und R. Williams††) bestimmt. Es lässt sich mit Benützung der von A. Kremel gefundenen Zahlen die Menge

*) Pharm. Post 1886.
**) Wiener Akad.-Berichte, Bd. XCIV., 1886.
***) Pharm. Post 1886.
†) Wiener Akad.-Berichte, Bd. XCIV., 1886.
††) Chem. News, 58, 224, und Chem.-Ztg. 1888, 40, 322.

der freien Harzsäuren in Harzseifen aus der Säurezahl (wie der Verfasser*) gezeigt hat) berechnen.

1 *g* Kolophonium (dunkles) braucht zur Absättigung der freien Harzsäuren 151·1 *mg* Kaliumhydroxyd; im Durchschnitte ist die Säurezahl des Kolophoniums als 150 anzunehmen.

Bedeutet $x$ den Procentgehalt der freien Harzsäuren und $s$ die gefundene Säurezahl der Harzseife, so findet man das $x$:

$$150 : 100 = s : x$$

$$x = 0{\cdot}667 \,.\, s.$$

## VII. Bestimmung der Jodzahl.

Die Jodzahl gibt sehr häufig wichtige Anhaltspunkte zur Erkennung der Harze. Die Jodzahlen der wichtigsten Harze wurden von M. v. Schmidt und F. Erban, ferner von R. Williams bestimmt.

## VIII. Bestimmung des Methoxyls.

Diese Bestimmung ist nach R. Benedikt und A. Grüssner durchzuführen und dürfte sich zur Erkennung der Harze sehr gut eignen.



*) Zeitschrift für Nahrungsmittel-Untersuchung und Hygiene 188[illegible].

## Fünfter Abschnitt.

# A. Papier-Analyse.

In Österreich besteht keine Norm für den Bezug von Papier zu Documenten und Acten für die staatlichen Ämter etc., wie eine solche in Deutschland seit dem Jahre 1885 existiert. Es wurde jedoch von den grösseren Papierfabriken Österreichs, insbesondere von der „Schlögelmühl“, durch Schaffung von Normal-Papieren die Grundlage zu einer gesetzlichen Verordnung gegeben.

Die Papierfabrik zu Schlögelmühl hat mit Beihilfe der Versuchsanstalt für Papierprüfung am k. k. technologischen Gewerbe-Museum in Wien acht „Normal-Papiere“*) zusammengestellt, und zwar sind die verschiedenen Papiergattungen mit Rücksicht auf ihre stoffliche Zusammenstellung, ihre mechanisch-technischen Eigenschaften und ihren Aschengehalt eingetheilt.

Der Widerstand gegen das Zerknittern, der zur Beurtheilung des Papieres wichtige Anhaltspunkte bietet, wurde numerisch nicht ausgedrückt, weil die Probe von der Individualität des Experimentators zu sehr abhängig ist.

Die Papier-Analyse umfasst folgende Bestimmungen:

### I. Bestimmung des Wassergehaltes, des Gewichtes pro Quadratmeter und der Dicke des Papieres.

Man nimmt mehrere Papierproben, und zwar, wegen der Ungleichförmigkeit des Papieres, von verschiedenen Bogen, deren Gewicht und Fläche genau zu ermitteln ist.

*) Normal-Papiere der Schlögelmühl, Wien 1888.

Das Papier wird in einem oder mehreren gewogenen Trockengläsern bei 105° C. bis zur Gewichtsconstanz getrocknet und nach dem Erkalten gewogen. Die Gewichtsabnahme gibt das hygroskopische Wasser. Aus dem Trockengewichte lässt sich das Gewicht eines Quadratmeters Papier berechnen.

Die Dicke des Papieres wird mittelst eines Sphärometers mit Mikrometerschraube bestimmt, wobei mehrere Bogen zusammengelegt werden, deren Gesammtdicke ermittelt wird.

## II. Bestimmung des Aschengehaltes und Untersuchung der Asche.

Die Aschenmenge des Papieres wird durch Verbrennung einer gewogenen Papierprobe in einem Porzellantiegel bestimmt. Die Angabe des Aschengehaltes hat, auf bei 100° C. getrocknetes Papier bezogen, zu erfolgen.

Die I. Sorte (Hadernpapier) der drei Stoffclassen darf nur 2·5% Asche enthalten, während in Deutschland 2% Aschengehalt mit Erlass des königl. preussischen Staatsministeriums vom 8. Jänner 1885 als für die erste Stoffclasse zulässig festgestellt wurde.*)

Sorte II.: Papiere aus Hadern, mit Zusatz von nicht mehr als 25% Cellulose, Strohstoff, Esparto, aber frei von Holzschliff, mit nicht mehr als 5% Asche.

Sorte III.: Papiere von beliebiger Stoffzusammensetzung, jedoch ohne Zusatz von Holzschliff, mit weniger als 15% Asche.

## III. Bestimmung der Zerreissungsfestigkeit und der Dehnung (der mittleren Reisslänge und der mittleren Bruchdehnung).

Unter Bruchdehnung des Papieres versteht man jene grösste Ausdehnung, welche das Papier erträgt, unmittelbar bevor es zerreisst. Dieselbe wird in Procenten der ursprünglichen Länge des Probestreifens angegeben.

Die Festigkeit ist das Mass des Widerstandes, den das Papier dem Zerreissen entgegensetzt. Zur Ermittlung der absoluten Festigkeit des Papieres pro Flächeneinheit müsste man die Breite und Dicke desselben messen; um dies zu umgehen, hat man den Begriff der Reisslänge nach E. Hartig eingeführt. Unter Reisslänge versteht man die Länge eines Papierstreifens, der durch sein Eigengewicht abreissen würde.

*) [illegible]ätze für die amtliche Papierprüfung.

Hat man einen Papierstreifen von der Länge $R$ in Meter und von der Breite $b$, dessen Flächeneinheit (hier $m^2$) $g$ (Gramme) wiegt, so ist das Gewicht des Papierstreifens $p$

$$r = R \,.\, b \,.\, g.$$

Verlängert man nun die Länge des Streifens, bis der Streifen, an seiner Breitseite aufgehängt, abreisst, so ist $p$ dasjenige Gewicht, welches die Grenze der Tragfähigkeit des Streifens angibt.

Aus $p = R\,b\,g$, findet man die Reisslänge ($R$):

$$R = \frac{p}{b\,g}.$$

Und weil $b$ in Millimetern angegeben ist:

$$R = \frac{p}{b\,g} \,.\, 1000.$$

Zerreisst z. B. ein Streifen Papier von 15 $mm$ Breite bei einer Belastung von 7·2 $kg$ und beträgt das Gewicht des Papieres pro $m^2$ 80 $g$, so ist die Reisslänge des Papieres:

$$R = \frac{7200}{15 \cdot 80}\ 1000 = 6000\ m.$$

Die Ermittlung der Reisslänge und der Dehnung wird bei Schöpfpapieren sowohl in der Richtung der Länge als auch der Breite des Bogens vorgenommen; aus den gefundenen Resultaten wird das arithmetische Mittel genommen und dadurch die „mittlere Reisslänge“ und „mittlere Bruchdehnung“ erhalten.

Die Bestimmung nach den beiden Richtungen muss deshalb geschehen, weil die Festigkeit und Dehnung des Maschinenpapieres parallel zu der Richtung des Maschinenlaufes verschieden ist von der darauf senkrechten.

Die Angabe hat stets bezogen auf bei 100° C. getrocknetes Papier zu erfolgen.

Die Probe selbst wird mit dem Hartig-Reusch'schen Apparate*) durchgeführt.

*) Dingler's Pol. Journal, 247, 18.

Nach der Classification der Schlögelmühl-Fabrik scheidet man folgende Classen:

Festigkeitsclassen:

| Classe: | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| *a)* Mittlere Reisslänge in Metern mindestens . . . . . | 6000 | 5000 | 4000 | 3000 | 2000 |
| *b)* Mittlere Bruchdehnung in Procenten der Einspannlänge mindestens . . . | 4·5 | 4 | 3 | 2·5 | 2 |

## IV. Bestimmung der freien Säure und des Chlo

Gutes Papier soll frei von Chlor und Säure sein.

Nach W. Herzberg*) werden zur Prüfung eines P auf freie Säure die Schnitzel desselben durch 3—4st Digestion mit Wasser ausgezogen und der Auszug mit ( papier geprüft. Congoroth wird durch freie Säure blau g Alaun wirkt nicht ein.

Zum Nachweise des freien Chlors werden die bei Papierstreifen zwischen Jodkalium-Stärkepapier gelegt; färbung zeigt freies Chlor an.

## V. Bestimmung des Holzschliffes und der Leinencel

Nach R. Godeffroy und M. Coulon.**)

### *a) Bestimmung des Holzschliffes.*

Die Methode gründet sich darauf, dass Holzschliff er auch mit Wasser, Alkohol und Äther extrahiert Goldchloridlösung reduciert. Die Cellulose aus Holz oder reduciert Goldchlorid nur im unextrahierten Zustand jenige aus Baumwolle und Leinen scheidet auch im nic gezogenen Zustande kein Gold aus.

Zur Bestimmung des Holzschliffes (Fichtenholzsc in geleimten Papieren geht man wie folgt vor:

---

*) Papier-Ztg., 10, 1334, u. Chem.-Ztg., 9, 1500.

**) Mittheilungen des k. k. technologischen Gewerbe-Mus Wien (Section für chem. Gewerbe), Jahrg. 1888, S. 18 und 67.

Ein gewogener Papierstreifen wird in Filterform gebracht, in einen Glastrichter eingesetzt, hierauf wird das Papier mit kaltem, dann mit kochendem Wasser (Entfernung eines eventuellen Gehaltes an animalischem Leim), dann mit einer fast kochenden Lösung von Weinsäure in 80procentigem Weingeiste so lange behandelt, bis die ablaufende Flüssigkeit, mit einem grossen Wasserüberschusse versetzt, nicht mehr die geringste Trübung zeigt. Die ersten Waschwasser und die alkoholische Lösung gehen anfänglich langsam durch das Filter, sobald aber die harzsaure Thonerde zersetzt und gelöst ist, wird die Filtration eine rasche. Nach Entfernung der Leimung wird nun wieder mit heissem und dann mit kaltem Wasser gewaschen, getrocknet und in einem Extractionsapparate mit absolutem Alkohol und Äther extrahiert.

Die Bestimmung des Holzschliffes wird mit der extrahierten Papierprobe durchgeführt, indem dieselbe mit 20 $cm^3$ Goldchloridlösung (0·2233 *g* Gold enthaltend) 10—15 Minuten lang gekocht und nach dem Erkalten das Papier sammt dem reducierten Golde auf einem Filter, dessen Aschengehalt bekannt ist, gesammelt, gewaschen, getrocknet, geglüht und gewogen wird. Von dem erhaltenen Gewichte wird der Aschengehalt des extrahierten Papieres und die Filterasche in Abzug gebracht.

Aus einer Reihe von Versuchen der Autoren ergab sich, dass 100 Theile reinen extrahierten Fichtenholzschliffes im Stande sind, im Mittel 14 *g* Gold aus einer Goldchloridlösung beim Kochen auszuscheiden. Wie jedoch aus den Untersuchungen R. Godeffroy's*) hervorgeht, zeigen die Holzschliffe der Weide, Espe, Ruste, Akazie, Föhre, Tanne nahezu die gleiche Reductionsfähigkeit für Goldchlorid.

Aus dem angeführten Reductionsfactor lässt sich der Procentgehalt an Holzschliff sowohl im lufttrockenen, als auch in bei 105° C. getrocknetem Papiere berechnen.

### *b) Bestimmung der Leinencellulose.*

Diese Bestimmung wird nach. R. Godeffroy so durchgeführt, dass man das gewaschene und getrocknete Papier in einem Becherglase mit vollkommen neutraler Silbernitratlösung einige Minuten kocht.

---

*) Mittheilungen des k. k. technologischen Gewerbe-Museum in Wien (Section für chem. Gewerbe), Jahrg. 1889, S. 9.

Weiter wird genau so wie bei der Holzschliff-Bestimmung vorgegangen.

100 Theile Leinencellulose reducieren 2·1 *g* Silber.

## VI. Mikroskopische Prüfung.

Zur Erkennung der Papierfasern, dann des Beschwerungsmaterials, der Stärke, der Leimung etc. leistet die mikroskopische Untersuchung unschätzbare Dienste.

Mit besonderer Schärfe sind von F. v. Höhnel*) die zur Papierfabrikation verwendeten Fasern mikroskopisch charakterisiert worden.

## VII. Bestimmung der Leimung.

Die thierische Leimung wird dadurch erkannt, dass man den Papierauszug mit frisch gefälltem Quecksilberoxyd kocht, wobei metallisches Quecksilber ausgeschieden wird; vegetabilischer Leim reduciert beim Kochen eine Lösung von weinsaurem Kupferoxyd — Kali. Thierleim ruft, mit Millon'schem Reagens ($Hg_2 [NO_3]_2$) behandelt, eine ziegelrothe Färbung hervor.

Die sogenannte Harzleimung (Thonerde — Harzseife) kann durch Zerlegung der Seife und Abscheidung des Harzes nachgewiesen werden.

Die Prüfung der Leimfestigkeit des Papieres nach Leonhardi**) hat Herzberg***) wie folgt modificiert:

Man taucht eine eigens für diese Zwecke construierte Ausziehfeder in eine neutrale Eisenchloridlösung (1·531°/₀ Eisen) und macht mehrere Striche auf der einen Seite des zu prüfenden Papieres. Nach dem Trocknen wird die Rückseite des Papieres mit Watte, die mit wässeriger Tanninlösung beträufelt wurde, schnell befeuchtet (Leonhardi wendet ätherische Tanninlösung an und begiesst die Rückseite des Papieres mit derselben). Je nach der Leimung werden die Striche mehr oder weniger dunkel erscheinen.

---

*) Mikroskopie d. techn. verwend. Faserstoffe, S. 72; Mittheilungen des k. k. technologischen Gewerbe-Museum in Wien (Section für chem. Gewerbe), Jahrg. 1889, S. 1.

**) Papier-Ztg., 9, 628.

***) Zeitschr. für analyt. Chemie, 25, 141.

# B. Leim-Analyse.

Man unterscheidet zwei Arten von Leim: Lederleim und Knochenleim. Den fertigen Leim prüft man wie folgt:

## I. Bestimmung des Wassers.

Aus mehreren Stücken wird eine Durchschnittsprobe gezogen, die Stücke zerschlagen und zerkleinert, hievon werden 10—15 *g* abgewogen und bis zur Gewichtsconstanz bei 105° C. getrocknet.

## II. Bestimmung der Asche.

Die Aschen-Bestimmung ist in einem Theile der Trockensubstanz durchzuführen. Die Asche ist auf ihre Bestandtheile zu prüfen.

## III. Bestimmung der Aufnahmsfähigkeit für Wasser (Quellfähigkeit).

Nach Stattenmann.*)

Es werden abgewogene Leimstücke in Wasser von derselben Temperatur gleich lange Zeit liegen gelassen und hierauf wird die Wassermenge, die während des Quellens aufgenommen wurde, bestimmt. Je mehr Wasser der Leim aufnimmt, desto besser soll er sein; diese Probe ist höchst unzuverlässlich.

Man kann auch das Verhalten gegen andere Flüssigkeiten als Anhaltspunkt zur Beurtheilung der Leime auf ihre Güte benützen.

## IV. Bestimmung der klebenden Kraft.

Nach dem Verfasser.**)

Zu dieser Bestimmung benützt man den vom Verfasser angegebenen Apparat (*Fig. 28*). Der untere Theil des Apparates setzt sich aus einem Stahlkörper *A*, welcher einen Hohlcylinder

---

*) Dingler's Journ., 96, 115.

**) Zeitschr. für die chemische Industrie 1887, und Zeitschr. für analyt. Chemie 1888, S. 109.

von 44 *mm* Durchmesser zur Aufnahme des Leimes besitzt, und aus einem Bügel *B* zusammen. Der Bügel kann durch einen Bolzen, welcher auf einer Seite einen Schraubenkopf trägt, beliebig entfernt und befestigt werden.

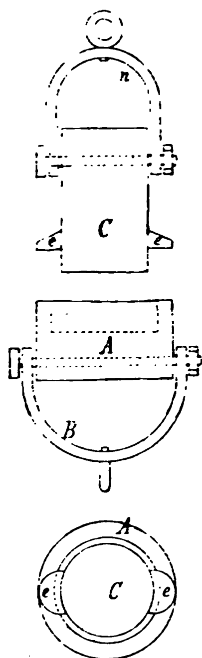


*Fig. 28.*

Der obere Theil *C* des Apparates *C* bildet einen massiven Cylinder von 36 *mm* Durchmesser, welcher mit seitlichen Lappen *e* versehen ist, um das zu tiefe Hinabsinken desselben zu verhindern: dadurch wird immer eine gleich dicke Leimschichte zwischen den beiden Cylindern erhalten. Ferner besitzt dieser Cylinder einen Stahlbügel *n* mit Bolzen, von derselben Beschaffenheit, wie der untere. Der Apparat *) ist überdies noch vernickelt, um das Rosten zu verhüten, das bei blankem Eisen durch das öfters nothwendig werdende Reinigen des Apparates mit warmem Wasser eintreten könnte.

Zunächst hat sich der Verfasser überzeugt, dass Leime, welche sehr stark an Holz haften, auch sehr kräftig von metallischen Flächen festgehalten werden.

Die von der k. Artillerie-Werkstatt in Spandau in Vorschlag und Anwendung gebrachte Probe,**) bei welcher Holz als Haftfläche des Leimes wirkt, ist von der Beschaffenheit des Holzes abhängig; man kann sich durch die Methode des Verfassers von diesem Übelstande dadurch befreien, dass Metallflächen in Anwendung gebracht werden.

Auch die Lipowitz'sche Probe***) gibt in vielen Fällen kein richtiges Urtheil für die Güte eines Leimes ab, da es bei einem Leime mehr auf seine Adhäsionsfähigkeit, als auf seine Cohäsion ankommt.

Da die Probe nur Vergleichswerte liefert, so müssen bei jeder Versuchsreihe genau dieselben Verhältnisse eingehalten und die Angabe derselben den Resultaten beigefügt werden. Der in einem Becherglase abgewogene, bei 100° C. getrocknete

*) Der Apparat wird in tadelloser Beschaffenheit von Franz Kratsch, Mechaniker, Wien, VII., Mechitaristengasse 5, hergestellt.

**) Wagner's Jahresb. 1884. 1216.

***) Post, Chem.-techn. Analyse, 945.

Leim wird mit etwas Wasser bespritzt, damit er aufquelle und dann leichter in Lösung gehe; die Quellzeit beträgt je nach der Leimsorte 2 bis 6 Stunden. Der gequollene Leim wird in heissem Wasser gelöst, so dass auf 1 Theil Wasser 1 Theil trockener Leim kommt.

Nun werden 5 *g* in den Hohlcylinder des Apparates gebracht, welche Menge hinreicht, um den Zwischenraum zwischen den beiden Cylindern auszufüllen. Der massive Cylinder *C* wird in den flüssigen Leim eingesenkt, dann wird der ganze Apparat bei der gewöhnlichen Zimmertemperatur (15—17·5° C.) durch 12 Stunden sich selbst überlassen.

Hierauf wird das Gewicht bestimmt, welches nöthig ist, um den unteren Theil des Apparates von dem oberen zu trennen. Zu diesem Zwecke hängt man den Apparat mit dem Ringe des oberen Bügels an einen Haken (an einem zugfreien Orte), befestigt an dem unteren Ringe eine leere Blechflasche oder Wageschale und belastet dieselbe successive so lange mit Schrot, bis ein Abreissen stattfindet.

Um das Hinabfallen des Apparates und dessen Beschädigung zu verhindern, bringt man irgend eine Arretiervorrichtung an, eventuell kann eine starke Schnur, geeignet befestigt, denselben Zweck erfüllen.

## V. Bestimmung der Cohäsionsfähigkeit.

Nach Lipowitz.*)

Man löse 5 Theile des Leimes in so viel heissem Wasser auf, dass das Gewicht der Lösung 50 Theile beträgt und lässt diese Lösung bei 18° C. zwölf Stunden lang stehen, damit sie gelatiniere.

Hierauf wird das Gewicht ermittelt, welches das Eindringen eines napfförmig gebogenen Bleches *B* hervorruft. (*Fig. 29.*) Der starke Draht, welcher locker durch das quer über den Rand des gleichweiten Becherglases *A* gelegte Brettchen *C* geht, ist an das Blech gelöthet.

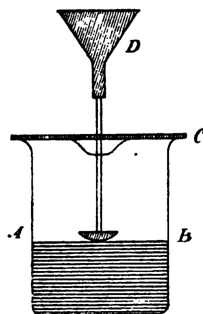


*Fig. 29.*

Das Gewicht des Drahtes und des aufzusetzenden Trichterchens (*D*) soll ca. 10 *g* betragen; der Trichter dient zur Aufnahme des Belastungsgewichtes.

---

*) Post, Chem.-techn. Analyse, 945.

Die Probe kann vergleichsweise für manche Zwecke Anwendung finden, es müssen jedoch die Dimensionen des Glases, die Höhe der Leimschichte und der Durchmesser des Bleches *B* genau angegeben werden.

### VI. Bestimmung des Säuregrades.

Nach R. Kissling*) werden 30 *g* Leim in einem Kolben mit 80 *g* Wasser übergossen und zum Aufquellen einige Stunden beiseite gestellt. Aus der Leimgallerte treibt man die flüchtigen Säuren mit Hilfe eines Wasserdampfstromes in eine vorgelegte titrierte Alkalilösung.

Die Säuremenge wird in $cm^3$ Normallauge, auf 100 *g* Substanz bezogen, ausgedrückt.

---

## C. Gerbmaterialien-Analyse.

Die Analyse der Gerbmaterialien (Rinden, Hölzer, Blätter, Extracte etc.) umfasst folgende Bestimmungen:

I. Bestimmung des Wassers.
II. Bestimmung der Asche.
III. Bestimmung des Gerbstoffes.

Die Bestimmung unterliegt grossen Schwierigkeiten und wird nach zwei Methoden durchgeführt:

1. Nach der von V. Schroeder kritisch umgearbeiteten Löwenthal'schen Methode wird zumeist in Deutschland gearbeitet. C. Councler und J. V. Schroeder erstatteten diesbezüglich einen Bericht über die Verhandlungen (Berlin 1883) zur Feststellung einer einheitlichen Methode der Gerbstoff-Bestimmung.

2. Nach der B. Weiss'schen Methode, die in Österreich verbreitet ist.

### 1. Methode nach V. Schroeder.**)

Der Gerbstoff wird in Lösung gebracht und der Chamäleonverbrauch ($V_1$) der ursprünglichen Gerbstofflösung durch Cha-

*) Chem.-Ztg. 1887, 692.
**) Im Auszuge Zeitschr. f. analyt. Chemie, 25, 121, und Böckmann, 2. Aufl., 957.

mäleonlösung von bekanntem Wirkungswerte festgestellt, hierauf die Chamäleonmenge ($V_2$), die für ein gleiches Volumen Gerbstofflösung, welche mittelst Hautpulver von Gerbstoff befreit wurde, ermittelt.

Die Differenz ($V_1 - V_2$) gibt den Chamäleonverbrauch, welcher der vorhandenen Gerbstoffmenge entspricht.

Zur Durchführung dieser Probe benöthigt man Folgendes:

1. Chamäleonlösung (1·667 *g* Kaliumpermanganat zu 1 *l* destilliertem Wasser).

2. Indigolösung. 10 *g* festes indigschwefelsaures Natron werden in 1 *l* verdünnte Schwefelsäure (1 : 5) gebracht, dazu 1 *l* destilliertes Wasser unter Schütteln gegeben, hierauf filtriert.

Zu jeder Titration werden 20 $cm^3$ Indigolösung zu $^3/_4$ *l* Wasser zugesetzt; diese Menge Indigolösung reduciert ungefähr 10·7 $cm^3$ Chamäleonlösung.

3. Hautpulver. Dasselbe muss weiss, wollig sein und darf keine durch Chamäleon reducierenden Stoffe an kaltes Wasser abgeben.

4. Tannin (möglichst rein).

Was die Durchführung der Titration anbelangt, so wird dieselbe nach V. Schroeder wie folgt durchgeführt:

Zu der Indigolösung und Gerbstoff enthaltenden, auf $^3/_4$ *l* verdünnten Flüssigkeit lässt man 1 $cm^3$ Chamäleonlösung einfliessen und rührt nach jedem Zusatz 5—10 Secunden stark um. Sobald die Flüssigkeit hellgrün geworden ist, lässt man nur je 2—3 Tropfen einfliessen, und zwar so lange, bis die Flüssigkeit goldgelb erscheint. Um das Ende der Reaction scharf zu erkennen, stellt man das Becherglas auf eine weisse Porzellanplatte.

Bei der Gerbstoff-Bestimmung müssen genau dieselben Bedingungen eingehalten werden, als bei der Titerstellung, da der Chamäleonverbrauch von mancherlei Umständen abhängig erscheint.

Um den Titer des Chamäleons festzustellen, muss man von Tannin und nicht von Oxalsäure ausgehen, da sich keine genaue Beziehung zwischen Oxalsäure und Gerbstoff feststellen lässt.

Man löst 2 *g* lufttrockenes, möglichst reines Tannin zu 1 *l* und bestimmt den gesammten Chamäleonverbrauch einer Mischung von 10 $cm^3$ dieser Lösung und 20 $cm^3$ Indigolösung, deren bekannter Chamäleonverbrauch sodann abzuziehen ist.

Hierauf werden 50 $cm^3$ Tanninlösung mit 3 *g* Hautpulver durch 18—20 Stunden unter öfterem Schütteln in einer Flasche

behandelt, filtriert und hievon 10 $cm^3$ mit Chamäleon- und mit Indigolösung titriert. Wenn der Chamäleonverbrauch der mit Hautpulver behandelten Tanninlösung nicht mehr als 10% des Gesammtverbrauches ausmacht, so ist das Tannin zur Titerstellung brauchbar. Es wird der Wassergehalt des Tannins durch Trocknen bei 100° C. bestimmt und nun kann man den Gesammt-Chamäleonverbrauch auf trockenes Tannin berechnen. Diesen so erhaltenen Wert hat man mit 1·05 zu multiplicieren, um den wahren Titer des Chamäleons zu finden.

Zur Bestimmung des Gerbstoffes in den Gerbmaterialien (Extracten, Rinden, Hölzern etc.) bestimmt man in 10 $cm^3$ der wässerigen Lösung derselben den Chamäleonverbrauch, hierauf nach dem Ausfällen mit Hautpulver (3 $g$ auf 80 $cm^3$ Lösung) die zum Oxydieren nöthige Chamäleonmenge; aus der Differenz beider Resultate lässt sich aus dem Titer des Chamäleons der Gerbstoff berechnen.

Die Gerbstofflösung muss so bereitet werden, dass 10 $cm^3$ 4—10 $cm^3$ Chamäleonlösung reducieren. Zwischen dem Gerbstoffgehalt und dem Chamäleonverbrauch herrscht keine vollständige Proportionalität, da der Chamäleonverbrauch von der Concentration der Lösungen abhängig ist.

Die Gerbstofflösungen werden bei Extracten durch Auflösen in Wasser, bei rohen Gerbmaterialien (Rinden, Früchten, Hölzern etc.) durch Auslaugen und Auskochen mit Wasser erhalten; man benützt hiebei die von V. Schroeder angegebene Presse.*)

## 2. Methode von B. Weiss.*)

Mittheilungen aus dem Laboratorium der k. k. Versuchsstation für Lederindustrie in Wien.

B. Weiss weist nach, dass die Löwenthal'sche Methode principiell falsch ist; der Fehler liegt nach Weiss in Folgendem:

Die Annahme, dass gleich grossen, ihrem Gewichte nach bestimmten Gerbstoffmengen zweier Proben Fichtenrinde auch gleiche Tanninmengen entsprechen, und umgekehrt, oder dass die in zwei Proben Fichtenrinde enthaltenen wirklichen Gerbstoffmengen in demselben Verhältnisse zueinander stehen, als dies durch das Verhältnis ihrer Tanninzahlen ausgedrückt wird, ist falsch.

*) Zeitschr. f. analyt. Chemie, 25, 132.

**) Unter Mitwirkung W. Eitnern's, F. Simand's, J. Meerkatz' „Der Gerber", Bd. XIII., Nr. 296.

Das Wesentliche der Weiss'schen Methode [illegible] Folgendem:

1. Man extrahiert eine gewogene Menge des [illegible] Materiales auf ein derartig gewähltes Volumen, dass [illegible] von ungefähr 1 *g* Extractgehalt in 100 *cm* [illegible] wozu man, unbeschadet der Richtigkeit der [illegible] solchen Apparat anwenden kann, in dem die [illegible] Lösung gekocht werden muss.

2. Ein aliquoter Theil der klar filtrierten Lösung [illegible] wird am Wasserbade in der Platinschale eing[illegible] Gewichtsconstanz getrocknet, verascht und [illegible]

3. Zu einem anderen Theile derselben Lösung [illegible] werden nach jedesmaligem raschen Filtrieren [illegible] reines Leinenfilter je 1 oder 2 *g* feines Hautpulver [illegible] unter öfterem tüchtigem Schütteln jedesmal [illegible] digerieren gelassen, bis alle gerbenden Substanzen [illegible] Fast in allen Fällen wird man mit 5—6 *g* Hautpulver ausreichen. Zum Filtrieren kann man sich der [illegible] Gerbbestimmungen nach Procter[illegible] bedienen, welche [illegible] in folgender Weise zu benützen sind:

Das zur Aufnahme des Hautpulvers dienende [illegible] offene, an den Rändern abgeschmolzene nicht [illegible] Glasrohr (*R*) von 2·5 *cm* Durchmesser und 12 [illegible] Höhe (*Fig. 30*) wird an einem Ende mit [illegible] nur wenig in die Röhre hineinreichenden Stöpsel verschlossen und das Hautpulver in dieselbe [illegible] mässig und nicht zu locker eingefüllt; die Röhre bleibt auf etwa $^1/_4$ ihrer ganzen Länge leer. [illegible] das andere Ende der Röhre wird ein Stöpsel [illegible] luftdicht eingepasst und durch die Bohrung des Kautschukstöpsels ist, bis wenig unter [illegible] heraus, der kurze Schenkel einer zweimal [illegible] winklig gebogenen engen Glasröhre gesteckt, deren horizontaler Theil ebenfalls nur kurz ist [illegible] während der wieder nach abwärts gehende Schenkel etwa doppelt so lang gelassen wird, als die Hautröhre. An dieses Rohrende wird ein kurzes St[illegible] Kautschukschlauch angesetzt. Man verschliesst [illegible] das noch offene Ende der mit Haut gefüllten Röhre mit dem so vorbereiteten Stöpsel, richtet das Heb[illegible]

---

*) „Leather Nr. 212."

**) Der Gerber, Nr. 307.

rohr, ohne mehr den Stöpsel zu bewegen, so dass dessen etwa $^1/_2$ *cm* vom Hautpulver absteht, entfernt den unteren durchbohrten Stöpsel und stellt das nun fertige Filter i enges Becherglas von gleicher Höhe mit der Hautröhre das Becherglas füllt man die zu bestimmende Lösung, sie so lange stehen, bis sie auch im Innern des Rohre das Ende des Hebers gestiegen ist (1—2 Stunden). Dami oben schwimmenden Hautpartikelchen nicht ins enge gelangen, senkt man, ohne das Hautrohr ganz aus der Flüssi herauszuheben, das Heberrohr etwas in die innen steh nun farblos erscheinende Flüssigkeit so weit ein, dass d Ende noch immer etwas von der obersten Hautpulversch entfernt ist und saugt nun langsam mittelst des Schla die Flüssigkeit über die Biegung des Rohres und so herab, bis der Heber eben von selbst zu wirken an Stossweises Ansaugen ist zu vermeiden.

Es ist angezeigt, die ersten 30 $cm^3$ des Filtrates w giessen und erst die nachfolgende Flüssigkeit zur Bestim der Nichtgerbstoffe zu benützen, da die e $cm^3$ geringe Mengen von Hautpulver in Lö haben und meist trüb erscheinen.

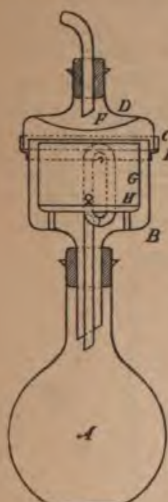


*Fig. 31.*

Zu bemerken ist, dass auch Galluss in Gegenwart gerbender Substanz vom Hautp absorbiert wird (Galläpfel, Sumach). Ein Z von Kochsalz corrigiert diese Aufnahmsfähig

4. Von dem so erhaltenen klaren stoffreien Filtrate wird, wie ad 2., ein (100 $cm^3$) in der Platinschale am Wasse verdampft, bis zur Gewichtsconstanz getroc verascht und wieder gewogen.

5. Die Differenz der ad 2. und 4 haltenen trockenen aschenfreien Extracte die in der angewendeten Lösung (in 100 enthaltene Gerbstoffmenge, die unter Be sichtigung der gebrauchten Verdünnung auf Procente des Materials umzurechnen

Zum vollständigen Extrahieren der materialien (Eichen- und Fichtenrinde) h die Verfasser zwei Apparate*) angegeben.

1. Apparat (*Fig. 31*). *A* ist ein weithalsiger ungefäh fassender Kolben, in welchen durch eine Bohrung des Stö

---

*) Der Gerber, Bd. XIII., Nr. 296.

der aus Kupferblech geformte verzinnte Mantel *B* gesteckt ist. An seinem oberen Rande ist ein niederer kupferner Ring *C* so angelöthet, dass in die dadurch gebildete, nach innen niedriger begrenzte Rinne der Deckel *D*, ebenfalls aus an der Innenseite verzinntem Kupferblech verfertigt, einpasst. Ein in der Rinne darunter liegender Kautschukring *E* und zwei an diametral gegenüberliegenden Stellen angebrachte sogenannte Bajonettverschlüsse bewirken ein dampfdichtes Anschliessen des Deckels an den unteren Mantel. Oben ist der Deckel wieder durch einen Korkpfropfen verschlossen, durch dessen Bohrung das zum Rückflusskühler führende Glasrohr eintritt. Innen ist an den Deckel die zinnerne runde und mit Löchern versehene Platte *F* angelöthet. In dem von diesen beiden Gefässen gebildeten Raume steht auf drei kleinen Füssen das zur Aufnahme des Materials dienende Gefäss *G*. Dasselbe ist ganz aus Zinn gefertigt, ebenso das von einer Öffnung des Bodens ausgehende heberförmig gebogene Abflussrohr und die nahe über dem eigentlichen Boden liegende Siebplatte *H*, die mit sehr vielen feinen Löchern versehen ist. Die Dimensionen des Gefässes sind so abgemessen, dass das erforderliche Quantum Lohe dasselbe trocken fast ausfüllt; wird ein geringeres Quantum Material, z. B. bei Valonea, verwendet, so wird ein anderes, sonst gleiches, nur um 2 *cm* niedrigeres Gefäss eingesetzt.

2. Apparat (*Fig. 32*). Dieser Apparat ist aus Glas gefertigt, er besteht aus einem Kolben *A* von ca. 1 *l* Inhalt, von welchem durch ein weites Glasrohr *B*

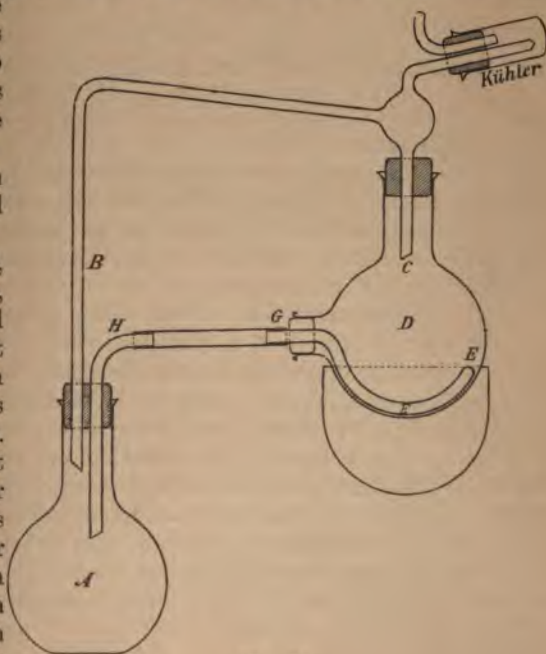


*Fig. 32.*

die Dämpfe zu der ober dem Ende kugelförmig erweiterten Röh des Rückflusskühlers und von da in denselben gelangen. D Kühlrohr C selbst endigt in einen zweifach tubulierten Kolben. so dass die condensierten Dämpfe in diesen tropfen. Durch d zweiten Tubus dieses Kolbens ist ein an dem Boden desselb anschliessendes, an einem Ende geschlossenes, mit einer Spal versehenes Glasrohr *E* eingeführt, welches. mit der andere rechtwinklig gebogenen Röhre *H* des ersten Kolbens verbunde den Zweck hat, die Lösung aus dem Extractions-Apparat abzusaugen.

Die abzuwägende Materialmenge ist so zu bemessen, das eine Brühe von 1—1·2 *g* Gehalt an festem Rückstand in 100 *cm* erhalten wird.

Die Verfasser nehmen von Fichten- und Eichenrind 50—60 *g*; von Knoppern, Valonea 20—25 *g*; von Sumacl 35—40 *g* und extrahieren; der erhaltene Extract ist auf 1 gebracht. Es werden ca. 300 $cm^3$ filtriert und 100 $cm^3$ davon i einer Platinschale eingedampft und weiter, wie früher beschrieben verfahren.

## IV. Bestimmung der freien Säuren in Gerbbrühen etc

Nach B. Kolmstein und F. Simand.*)

1. Bestimmung der flüchtigen organischen Säuren. 100 *cm* Gerbbrühe werden bis auf etwa 20 $cm^3$ abdestilliert, etwas al kühlen gelassen, mit destilliertem Wasser aufgefüllt und neue dings durch Einleiten von Wasserdampf (siehe Wein) destillier Die Acidität des Destillates wird titrimetrisch bestimmt, da Resultat auf Essigsäure bezogen.

2. Bestimmung der nichtflüchtigen organischen Säure 80 $cm^3$ der Gerbbrühe werden in einem Kolben mit etw 3—4 *g* frisch geglühtem Magnesiumoxyd versetzt und eini Stunden unter häufigem starkem Schütteln stehen gelasse bis die über dem Magnesium-Niederschlage stehende Flüssi keit ganz oder beinahe farblos ist, keine saure Reaction u keine Reaction auf Gerbsäure mehr zeigt; dann filtriert ma dampft 10—30 $cm^3$ ein und glüht schwach. Die Magnesiasal der organischen Säuren verwandeln sich in Magnesiumcarbona etwa vorhandenes Magnesiumsulfat bleibt, wenn die Hitze nic zu sehr gesteigert wird, unzersetzt. Der Glührückstand w

*) Dingler's Pol. Journal. 256, 38 und 84.
Zeitschrift f. analyt. Chemie, 25, 265.

mit destilliertem kohlensäurehältigem Wasser stark durchgefeuchtet, um entstandene Oxyde in Carbonate umzuwandeln und das Magnesiumsulfat beim nachherigen Filtrieren leichter auswaschen zu können (da die Masse pulveriger wird). Hierauf wird zur vollständigen Trockene gebracht, mit heissem Wasser aufgenommen, filtriert und gut ausgewaschen. Auf dem Filter bleibt Magnesiumcarbonat zurück, welches der Gesammtmenge der organischen Säuren entspricht. Dasselbe wird in Salzsäure gelöst und nach dem Entfernen des Kalkes als Pyrophosphat bestimmt. Rechnet man die gefundene Menge auf Essigsäure um und zieht davon die durch Destillation erhaltene Menge ab, so findet man jene Essigsäure, welche den nichtflüchtigen organischen Säuren entspricht. Da in den Brühen von dieser Gruppe beinahe ausschliesslich Milchsäure vorkommt, so rechnet man die Menge des Essigsäurerestes immer auf Milchsäure um.

3. Bestimmung der Schwefelsäure. Im Filtrate vom Magnesiumcarbonate, welches Magnesiumsulfat enthält, wird nach vorherigem Ausfällen des Kalkes die Magnesia bestimmt und auf Schwefelsäure ($H_2 SO_4$) umgerechnet.

Man kann die Schwefelsäure darin auch mit Baryumchlorid bestimmen, muss aber auf die in den Gerbebrühen enthaltenen Sulfate Rücksicht nehmen.

Enthält eine Brühe neben organischen Säuren auch Schwefelsäure, so wird die an und für sich in der Brühe vorhandene Magnesia zur Hälfte bei der den gesammten organischen Säuren entsprechenden Menge Magnesiumpyrophosphat und zur anderen Hälfte bei der Schwefelsäure in Rechnung gezogen.

# Alphabetisches Sachregister.



